

**MODIFIKASI ELEKTRODA PASTA KARBON DENGAN
IMPRINTED ZEOLIT SEBAGAI SENSOR UNTUK ANALISIS
KREATININ SECARA POTENSIOMETRI**

SKRIPSI



RIA RISTY RINDARTI

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
2016**

**MODIFIKASI ELEKTRODA PASTA KARBON DENGAN *IMPRINTED*
ZEOLIT SEBAGAI SENSOR UNTUK ANALISIS KREATININ SECARA
POTENSIOMETRI**

SKRIPSI



RIA RISTY RINDARTI

**PROGRAM STUDI S-1 KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
2016**

**MODIFIKASI ELEKTRODA PASTA KARBON DENGAN *IMPRINTED*
ZEOLIT SEBAGAI SENSOR UNTUK ANALISIS KREATININ SECARA
POTENSIOMETRI**

SKRIPSI

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh
Gelar Sarjana Sains Bidang Kimia
pada Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga**

Oleh:

**Ria Risty Rindarti
NIM. 081211533029**

**Tanggal Lulus :
4 Agustus 2016**

Disetujui oleh:

Pembimbing I,



**Dr. Miratul Khasanah, M.Si
NIP. 19670304 199203 2 001**

Pembimbing II,



**Dr. Abdulloh, M.Si
NIP. 19710423 199702 1 001**

LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : Modifikasi Elektroda Pasta Karbon dengan *Imprinted*
Zeolit sebagai Sensor untuk Analisis Kreatinin secara
Potensiometri

Penulis : Ria Risty Rindarti

NIM : 081211533029


Pembimbing I : Dr. Miratul Khasanah, M.Si

Pembimbing II : Dr. Abdulloh, M.Si

Tanggal ujian : 4 Agustus 2016

Disetujui Oleh:

Pembimbing I,



Dr. Miratul Khasanah, M.Si
NIP. 19670304 199203 2 001

Pembimbing II,



Dr. Abdulloh, M.Si
NIP. 19710423 199702 1 001

Mengetahui,
Ketua Departemen Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga



Dr. Purkan, M.Si
NIP. 19721116 199702 1 001

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

Skripsi ini tidak dipublikasikan, namun tersedia di perpustakaan dalam lingkungan Universitas Airlangga, diperkenankan untuk dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan harus seizin penyusun dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kebiasaan ilmiah. Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat, karunia serta hidayah-Nya, sehingga penyusun dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Modifikasi Elektroda Pasta Karbon dengan *Imprinted* Zeolit sebagai Sensor untuk Analisis Kreatinin secara Potensiometri”**. Naskah skripsi ini disusun untuk memenuhi syarat kelulusan dalam menempuh pendidikan S1-Kimia di Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.

Penyusunan naskah skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, dalam kesempatan ini penyusun mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. Miratul Khasanah, M.Si selaku dosen pembimbing I yang senantiasa memberikan bimbingan, nasehat, masukan, serta meluangkan waktu bagi penyusun untuk berkonsultasi dalam penyusunan naskah skripsi ini.
2. Dr. Abdulloh, M.Si selaku dosen pembimbing II yang senantiasa memberikan bimbingan, nasehat, masukan, serta meluangkan waktu bagi penyusun untuk berkonsultasi dalam penyusunan naskah skripsi ini.
3. Dra. Aning Purwaningsih, M.Si selaku dosen wali yang senantiasa memberikan saran, nasehat, dan motivasi selama penyusun menempuh studi S1-Kimia di Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.
4. Dr. Purkan, M.Si selaku ketua Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga atas saran, nasehat, dan motivasi yang telah diberikan.
5. Seluruh staf pengajar Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga atas ilmu, bimbingan, dan saran yang telah diberikan.
6. Mama Suyati, S.Pd dan Papa Drs. Aris Suwarno, M.M. atas dukungan dan semangat baik moral maupun spiritual demi terselesaikannya skripsi ini.
7. Bapak Gimam, Bapak Kamto, Bapak Rochadi, dan Ibu Nur Ihda atas saran dan dukungan selama penyusun bekerja di laboratorium.
8. Seseorang yang spesial beserta keluarga yang selalu memberi semangat untuk menyelesaikan skripsi ini.
9. Teman-teman se-bimbingan yang sudah berbagi dalam suka duka demi terselesaikannya skripsi ini.

10. Seluruh teman-teman dari program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga yang selalu memberi dukungan serta motivasi pada penyusun untuk menyelesaikan skripsi ini.

Penyusun menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih banyak kekurangan, oleh karena itu kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan demi kesempurnaan naskah skripsi ini.

Surabaya, 12 Juli 2016

Penyusun,

Ria Risty Rindarti

Rindarti, R.R., 2016, Modifikasi Elektroda Pasta Karbon dengan *Imprinted* Zeolit sebagai Sensor untuk Analisis Kreatinin secara Potensiometri. Skripsi di bawah bimbingan Dr. Miratul Khasanah, M.Si. dan Dr. Abdulloh, M.Si. Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya

ABSTRAK

Elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit dapat digunakan sebagai sensor potensiometri yang selektif dalam analisis kreatinin. *Imprinted* zeolit (IZ) dibuat dari zeolit LTA yang telah ditambah kreatinin dengan perbandingan mol kreatinin/Si = 0,0306 dan selanjutnya kreatinin diekstraksi dari kerangka zeolit sehingga terbentuk cetakan yang selektif untuk kreatinin. Zeolit LTA disintesis dengan perbandingan mol Na₂O, Al₂O₃, SiO₂, dan H₂O adalah 4 : 1 : 1,8 : 270. Elektroda pasta karbon-IZ dibuat dengan perbandingan massa karbon, IZ, dan parafin = 45 : 15 : 40. Hasil analisis kreatinin menggunakan elektoda pasta karbon-IZ memberikan waktu respon selama 11 – 22 detik, jangkauan pengukuran 10⁻⁴-10⁻² M, faktor Nernst 60, 5 mV/dekade, dan batas deteksi 1, 56 x 10⁻⁶ M sehingga dapat digunakan untuk analisis kreatinin dengan konsentrasi normal (0,6 – 1,2 mg/dL) di dalam serum darah. Pada pengukuran kreatinin 10⁻⁴-10⁻² M, metode memiliki ketelitian yang baik dengan nilai presisi sebesar 99,81 – 99,87% dan akurasi sebesar 46–53%. Elektroda memiliki selektivitas yang tinggi terhadap kreatinin dalam matriks urea. Waktu hidup elektroda lebih dari 180 kali pemakaian.

Kata kunci : kreatinin, elektroda pasta karbon, imprinted zeolit, potensiometri

Rindarti, R.R., 2016 Modification of Carbon Paste-Imprinted Zeolite Electrode as the Sensor to Analyze Creatinine by Potentiometry. This script was under guidance of Dr. Miratul Khasanah, M.Si. and Dr. Abdulloh, M.Si. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Airlangga University, Surabaya

ABSTRACT

Carbon paste modified imprinted zeolite electrode can be used as a selective potentiometric sensor for analyzing of creatinine. Imprinted zeolite (IZ) made from zeolite LTA had been added by creatinine with mole ratio of creatinine / Si = 0.0306 and further creatinine extracted from the zeolite framework, so the selective template of creatinine was formed. LTA zeolite was synthesized with mole ratio of Na₂O; Al₂O₃; SiO₂; H₂O of 4: 1: 1.8: 270. Carbon paste modified imprinted zeolite electrode made with mass ratio of carbon: IZ: paraffin = 45: 15: 40. Analysis of creatinine using carbon paste electrode-IZ showed response time electrode of 11 – 22 second, the range of measurement was 10⁻⁴-10⁻² M, the Nernst factor of 60.5 mV / decade, and the limit of detection of 1, 56 x 10⁻⁶ M so this electrode can be used to analyze of creatinine with normal concentrations (0.6 to 1.2 mg / dL) in blood serum. The precision of this method was 10⁻⁴-10⁻² M, the electrode has good accuracy with precision values of 99.81 to 99.87% and an accuracy of 46 to 53%. The electrodes have high selectivity towards creatinine in urea matrix. Electrode life time of more than 180 times of usage (measurement).

Keyword : creatinine, paste carbon electrode, imprinted zeolite, potentiometric

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PERNYATAAN.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI.....	iii
LEMBAR PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI.....	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vii
<i>ABSTRACT</i>	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang Permasalahan.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	3
1.3. Tujuan Penelitian	4
1.4. Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1. Potensiometri	6
2.2. Karbon.....	7
2.3. Zeolit.....	8
2.4. Kinerja Elektroda dan Validitas Metode.....	9
2.5. Analisis Kreatinin	12
BAB III METODE PENELITIAN	15
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian.....	15
3.2. Bahan dan Alat Penelitian.....	15
3.2.1. Bahan penelitian	15
3.2.2. Alat penelitian	15
3.3. Diagram Alir Penelitian	17
3.4. Prosedur Penelitian	18
3.4.1. Pembuatan larutan kreatinin	18
3.4.1.1. Pembuatan larutan induk kreatinin 10^{-1} M	18
3.4.1.2. Pembuatan larutan kerja kreatinin 10^{-2} - 10^{-8} M	18
3.4.2. Pembuatan larutan buffer	19
3.4.2.1. Pembuatan larutan asam asetat 2 M	19
3.4.2.2. Pembuatan larutan natrium asetat 2 M	19
3.4.2.3. Pembuatan larutan dinatrium hidrogenfosfat 2 M	19
3.4.2.4. Pembuatan larutan natrium dihidrogenfosfat 2 M	20
3.4.2.5. Pembuatan larutan buffer asetat pH 3, 4, dan 5	20
3.4.2.6. Pembuatan larutan buffer fosfat pH 6, 7, dan 8	21
3.4.3. Pembuatan larutan urea	21
3.4.3.1. Pembuatan larutan induk urea 10^{-1} M	21
3.4.3.2. Pembuatan larutan kerja urea 10^{-3} M, 10^{-4} M, dan 10^{-5} M	22
3.4.4. Sintesis zeolit A, <i>non imprinted zeolit</i> (NIZ), dan <i>imprinted zeolit</i>	

(IZ)	22
3.4.4.1. Sintesis zeolit A	22
3.4.4.2. Sintesis <i>non imprinted</i> zeolit (NIZ)	23
3.4.4.3. Sintesis <i>imprinted</i> zeolit (IZ)	23
3.4.5. Preparasi karbon	24
3.4.6. Pembuatan elektroda pasta karbon- <i>imprinted zeolit</i>	25
3.4.7. Optimasi elektroda	26
3.4.7.1. Optimasi komposisi elektroda	26
3.4.7.2. Optimasi pH larutan kreatinin	27
3.4.8. Pembuatan kurva standar kreatinin	28
3.4.9. Penentuan kinerja elektroda dan validitas metode analisis	28
3.4.9.1. Penentuan waktu respon elektroda	28
3.4.9.2. Penentuan waktu hidup elektroda	28
3.4.9.3. Penentuan jangkaun pengukuran	29
3.4.9.4. Penentuan batas deteksi	29
3.4.9.5. Penentuan selektivitas	29
3.4.9.6. Penentuan presisi	30
3.4.9.7. Penentuan akurasi	30
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	31
4.1. Hasil Sintesis Zeolit, <i>Non-Imprinted</i> Zeolit (NIZ), dan <i>Imprinted</i> Zeolit (IZ)	31
4.1.1. Hasil sintesis zeolit LTA	31
4.1.2. Hasil sintesis <i>non-imprinted</i> zeolit (NIZ)	33
4.1.3. Hasil sintesis <i>imprinted</i> zeolit (IZ)	34
4.2. Hasil Karakterisasi Zeolit, <i>Non-Imprinted</i> Zeolit (NIZ), dan <i>Imprinted</i> Zeolit (IZ)	36
4.2.1. Hasil karakterisasi zeolit dengan <i>x-ray diffraction</i> (XRD)	36
4.2.2. Hasil karakterisasi zeolit, NIZ, dan IZ dengan spektrofotometer <i>fourier transform infrared</i> (FTIR)	37
4.3. Hasil Preparasi Karbon	40
4.4. Hasil Optimasi Komposisi Material Penyusun Elektroda dan pH Larutan Kreatinin	41
4.4.1. Hasil optimasi komposisi material penyusun elektroda	42
4.4.2. Hasil optimasi pH larutan kreatinin	46
4.5. Hasil Penentuan Kurva Standar Kreatinin	48
4.6. Hasil Penentuan Kinerja Elektroda dan Validitas Metode Analisis ...	50
4.6.1. Hasil penentuan waktu respon elektroda	50
4.6.2. Hasil penentuan jangkauan pengukuran	51
4.6.3. Hasil penentuan faktor Nernst	52
4.6.4. Hasil penentuan batas deteksi	52
4.6.5. Hasil penentuan presisi	53
4.6.6. Hasil penentuan akurasi	54
4.6.7. Hasil penentuan koefisian selektifitas	55
4.6.8. Hasil penentuan waktu hidup elektroda	56
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	59
5.1. Kesimpulan	58

5.2. Saran	59
DAFTAR PUSTAKA	xv
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Nomor	Judul Tabel	Halaman
3.1.	Komposisi volume larutan natrium asetat 2 M dan larutan asam asetat 2 M pada pembuatan larutan buffer asetat.....	20
3.2.	Komposisi volume larutan natrium dihidrogenfosfat 2 M dan larutan dinatrium hidrogenfosfat 2 M pada pembuatan larutan buffer fosfat	21
3.3.	Komposisi karbon aktif, IZ, dan paraffin padat pada pembuatan elektroda pasta karbon-IZ	26
4.1.	Data perbandingan puncak difraktogram zeolit LTA hasil sintesis dengan <i>data base</i> IZA dan standar ASTM	37
4.2.	Data bilangan gelombang hasil analisis spektra zeolit, NIZ, dan IZ.	38
4.3.	Data hasil perbandingan luas area zeolit, NIZ, dan IZ	40
4.4.	Data potensial elektroda pasta karbon-IZ berbagai komposisi pada larutan kreatinin	43
4.5.	Data potensial elektroda pasta karbon-IZ berbagai komposisi pada pengukuran larutan kreatinin dengan penambahan larutan KCl.....	44
4.6.	Data faktor Nernst dan linieritas hasil uji kinerja elektroda E1, E4, EZ, dan ENIZ	45
4.7.	Data hasil pengukuran larutan kreatinin 10^{-8} - 10^{-2} M tanpa dan dengan pengaturan pH	47
4.8.	Data potensial elektroda E4 pada pengukuran larutan standar kreatinin pH 7	48
4.9.	Waktu respon elektroda pasta karbon-IZ (E4) terhadap larutan kreatinin	49
4.10.	Data jangkauan pengukuran dari elektroda E1 dan E4	51
4.11.	Data hasil pengukuran potensial dan harga koefisien variasi menggunakan elektroda E4.....	54
4.12.	Nilai akurasi pada pengukuran larutan kreatinin menggunakan elektroda E4	55
4.13.	Data hasil pengukuran potensial larutan kreatinin 10^{-3} M tanpa dan dengan matriks urea serta nilai K_{ij}	56
4.14.	Waktu hidup (jumlah pemakaian) elektroda pasta karbon-IZ dan nilai faktor Nernst.....	56

DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul Gambar	Halaman
2.1.	Struktur zeolit A	9
2.2.	Kurva penentuan batas deteksi pada analisis secara potensiometri	10
2.3.	Struktur kreatinin	13
3.1.	Konstruksi elektroda pasta karbon- <i>imprinted</i> zeolit	26
4.1.	Ikatan hidrogen yang terbentuk antara kreatinin dengan zeolit	34
4.2.	Skema pembentukan <i>non-imprinted</i> zeolit dan <i>imprinted</i> zeolit	35
4.3.	Pola difraksi sinar-X zeolit LTA hasil sintesis (a) dan zeolit LTA pada simulasi <i>Xpert MPD</i> (b).....	36
4.4.	Spektra FTIR zeolit, NIZ, dan IZ	38
4.5.	Kurva hubungan log konsentrasi kreatinin dengan potensial	49
4.6.	Kurva standar kreatinin menggunakan elektroda E4 pada pH	49

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Judul Lampiran	Halaman
1.	Perhitungan Pembuatan Larutan Kreatinin	L1
2.	Perhitungan Pembuatan Larutan Buffer	L3
3.	Perhitungan Pembuatan Larutan Urea	L13
4.	Perhitungan Pembuatan Zeolit LTA	L14
5.	Perbandingan Komposisi Pembuatan Zeolit	L17
6.	Perhitungan Faktor Nernst dan Linieritas pada Optimasi Komposisi Elektroda	L18
7.	Perhitungan Faktor Nernst dan Linieritas pada Optimasi Komposisi Elektroda dengan Penambahan Larutan KCl	L23
8.	Perhitungan Batas Deteksi	L28
9.	Perhitungan Presisi	L29
10.	Perhitungan Akurasi	L31
11.	Perhitungan Koefisien Selektivitas	L33
12.	Penentuan Luas Permukaan Karbon dengan Metode BET.....	L40
13.	Penentuan Ukuran Pori Karbon dengan Metode BJH.....	L43
14.	Pola Difraksi Sinar-X Zeolit LTA Hasil Sintesis dan Zeolit LTA pada Simulasi <i>Xpert MPD</i>	L45

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Permasalahan

Ginjal merupakan organ penting bagi tubuh manusia dan memiliki banyak fungsi, salah satunya adalah sebagai alat ekskresi sisa metabolime maupun sisa pencernaan. Ginjal akan mengeluarkan zat hasil dari metabolisme meliputi urea dan asam urat, serta produk hasil dari pemecahan hemoglobin seperti bilirubin dan kreatinin (Guyton *and* Hall, 1997). Kadar kreatinin yang rendah dapat menunjukkan status nutrisi yang rendah (Tietze, 2003). Kadar kreatinin yang tinggi dalam serum dapat dijadikan sebagai indikator beberapa kerusakan ginjal seperti nekrosis tubulus (penyebab gagal ginjal akut), glomerulonefritis (kerusakan pada glomerulus), dan dapat digunakan sebagai petunjuk rendahnya kemampuan filtrasi glomerulus (Baron, 1992; Levey *et al.*, 1999; Stevens *and* Levey, 2004).

Metode yang biasa digunakan untuk analisis kreatinin dalam serum di bidang medis adalah *Jaffe reaction*. Prinsip reaksi pada analisis kreatinin dengan *Jaffe reaction* adalah reaksi antara kreatinin dengan asam pikrat dalam suasana basa membentuk kompleks berwarna kuning jingga. Konsentrasi kreatinin diukur pada panjang gelombang 492 nm (Meiyanto *et al.*, 2010). Metode lain yang dikembangkan dalam penentuan kadar kreatinin adalah kromatografi. Analisis kreatinin dengan menggunakan metode kromatografi ini membutuhkan waktu yang cukup lama (Sewell *et al.*, 2002).

Lakshmi *et al*, (2006) melakukan analisis kreatinin secara voltammetri menggunakan *hanging mercury drop electrode* (HMDE) termodifikasi polimelamin ko-kloranil sebagai monomer. Elektroda termodifikasi tersebut mempunyai selektivitas yang tinggi untuk kreatinin dalam matriks NaCl, urea, kreatin, kreatinin, fenilalanin, tirosin, histidin dan sitosin.

Beberapa peneliti telah melakukan modifikasi elektroda kerja pada voltammetri. Pengembangan sensor kreatinin dengan cara memodifikasi *hanging mercury drop electrode* (HMDE) dengan *molecularly imprinted polymer* (MIP) secara voltammetri lucutan dengan monomer yang digunakan adalah anilin dan ammonium peroksodisulfat sebagai inisiator telah dilakukan (Azhar, 2012). Metode ini memiliki nilai akurasi yang baik, dan sensitivitas yang cukup tinggi. Namun, metode ini tidak mempunyai presisi yang baik untuk konsentrasi yang kecil, sedangkan untuk konsentrasi yang besar, memiliki presisi yang baik. Arwindah (2010) memodifikasi elektroda *glassy karbon* dengan MIP menggunakan monomer anilin untuk menganalisis asam urat secara voltammetri *stripping*. Metode voltammetri untuk analisis asam urat dalam sampel serum masih diganggu urea dengan rentang penyimpangan arus antara 2,6 – 4,68 %.

Berdasarkan kelemahan metode yang telah dikembangkan sebelumnya, maka pada penelitian ini dikembangkan suatu sensor untuk analisis kreatinin secara potensiometri dengan memodifikasi elektroda pasta karbon menggunakan *imprinting* zeolit (IZ). Jenis zeolit yang digunakan untuk memodifikasi elektroda pada penelitian ini adalah zeolit A. Zeolit memiliki pori yang ukurannya dapat dimodifikasi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai penyaring analit tertentu. Zeolit

mempunyai struktur pori terbuka dengan *internal surface area* yang besar (Walcarius, 1999). Zeolit A (*Linde Type A: LTA*) adalah zeolit sintetis dengan pori-pori yang sangat kecil, stabilitas termal yang tinggi, serta banyak diaplikasikan dalam proses pemisahan dan digunakan sebagai katalis yang selektif (Yang *et al*, 2009). Zeolit A disintesis menggunakan bahan dasar SiO_2 , NaAlO_2 , NaOH , dan akuades dengan perbandingan secara stoikiometri, sehingga didapat campuran dengan perbandingan mol Na_2O , Al_2O_3 , SiO_2 , dan H_2O = 4: 1: 1,8: 270 (Titus *et al.*, 2008). Pembuatan *Imprinting* zeolit (IZ) diperoleh dari $\frac{1}{2}$ bagian hasil sintesis NIZ yang mengalami perlakuan ekstraksi. Kreatinin yang terdapat pada NIZ diekstraksi menggunakan air panas (suhu 80°C) melalui proses sentrifugasi.

Parameter yang dipelajari pada penelitian ini adalah optimasi komposisi karbon dan IZ pada pembuatan elektroda serta pH optimum larutan kreatinin. Selanjutnya dilakukan uji kinerja elektroda pasta karbon termodifikasi IZ dan validitas metode meliputi waktu respon elektroda, waktu hidup elektroda, jangkauan pengukuran, batas deteksi, selektivitas, presisi, dan akurasi.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut.

1. Bagaimanakah hasil karakterisasi zeolit A sintesis menggunakan XRD dan FTIR?

2. Berapakah komposisi pasta karbon dan IZ pada pembuatan elektroda pasta karbon-IZ yang memberikan kinerja optimal pada analisis kreatinin secara potensiometri?
3. Berapakah pH optimum pada analisis larutan kreatinin secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon-IZ?
4. Bagaimanakah kinerja elektroda pasta karbon-IZ dan validitas metode untuk analisis kreatinin secara potensiometri meliputi waktu respon elektroda, waktu hidup elektroda, jangkauan pengukuran, batas deteksi, selektivitas, presisi, dan akurasi?

1.3. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Melakukan sintesis dan karakterisasi terhadap zeolit A hasil sintesis menggunakan XRD dan FTIR.
2. Menentukan komposisi optimum pasta karbon dan IZ pada pembuatan elektroda pasta karbon untuk analisis kreatinin secara potensiometri.
3. Menentukan pH optimum larutan pada analisis kreatinin secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon-IZ.
4. Mengetahui kinerja elektroda pasta karbon-IZ dan validitas metode untuk analisis kreatinin secara potensiometri meliputi waktu respon elektroda, waktu hidup elektroda, jangkauan pengukuran, batas deteksi, selektivitas, presisi, dan akurasi.

1.4. Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan diperoleh metode untuk analisis kreatinin secara potensiometri dengan sensitivitas dan akurasi tinggi sehingga dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk menentukan kadar kreatinin di bidang medis.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Potensiometri

Potensiometri adalah salah satu metode elektrokimia yang didasarkan pada pengukuran potensial sel pada arus nol (Skoog *et al.*, 1992). Pada potensiometri, beda potensial timbul karena adanya pertukaran analit pada permukaan elektroda. Permukaan elektroda merupakan sensor yang harus mengandung komponen yang bereaksi secara kimia dan reversibel dengan analit (Cattral, 1997). Teknik pengukuran dengan menggunakan metode potensiometri dapat dilakukan secara langsung maupun tidak langsung. Potensiometri langsung dilakukan dengan menentukan aktivitas suatu ion tertentu secara langsung, sedangkan potensiometri tidak langsung adalah pengukuran yang dilakukan dengan cara titrasi.

Pada potensiometri, elektroda merupakan bagian yang berfungsi sebagai sensor analit yang terdiri dari sebuah penghantar ionik (larutan). Terdapat dua jenis elektroda yang digunakan dalam pengukuran secara potensiometri, yaitu elektroda kerja dan elektroda pembanding (Skoog *et al.*, 1992). Elektroda kerja merupakan elektroda yang harga potensialnya bergantung pada aktivitas analit. Dua jenis elektroda yang umum digunakan dalam pengukuran secara potensiometri yaitu elektroda logam dan elektroda membran. Elektroda pembanding adalah elektroda yang memiliki nilai potensial yang telah diketahui, konstan, dan tidak bergantung pada besarnya konsentrasi analit. Elektroda yang umum digunakan sebagai

elektroda pembanding adalah elektroda kalomel ($\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2$) dan elektroda Ag/AgCl (Basset *et al.*, 1991).

2.2. Karbon

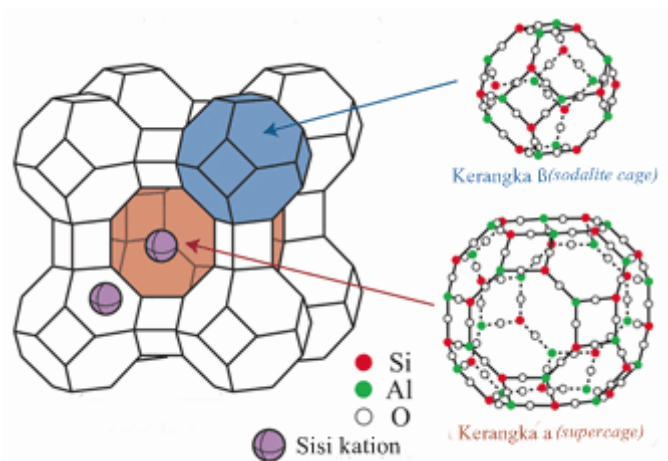
Karbon merupakan hasil dari proses pemurnian lebih lanjut dari arang aktif. Karbon dibuat melalui proses pirolisis pada suhu $900\text{-}3000^\circ\text{C}$ dengan dialirkan arus plasma pada tekanan tertentu. Pirolisis adalah dekomposisi kimia bahan organik melalui proses pemanasan tanpa atau sedikit adanya oksigen atau reagen lain dimana material mentah akan mengalami pemecahan struktur kimia menjadi fasa gas. Pirolisis bertujuan untuk membuang material non karbon sehingga hanya meninggalkan material karbon saja. Kandungan dari zat yang mudah menguap akan hilang sehingga dapat terbentuk pori (Jankowska *et al.*, 1991).

Dalam bidang kimia, karbon dapat dimanfaatkan sebagai elektroda karena merupakan material yang inert, memiliki luas permukaan yang besar dan memiliki konduktivitas yang tinggi (Pyun and Lee, 2007). Elektroda karbon dibuat dari karbon aktif dan parafin. Karbon aktif adalah karbon yang diaktivasi melalui proses tertentu. Proses aktivasi yang umum dilakukan adalah aktivasi fisika dan kimia (Napitupulu, 2009). Pada aktivasi kimia digunakan aktivator hidroksida logam alkali, garam-garam karbonat, klorida, sulfat, fosfat dari logam alkali tanah seperti ZnCl_2 , NaOH , HCl , dan uap air pada suhu tinggi. Bahan kimia yang ditambahkan akan meresap ke dalam karbon dan membuka permukaan yang semula tertutup sehingga diameter pori karbon bertambah besar (Soetomo, 2012).

2.3. Zeolit

Zeolit merupakan jenis kristal yang mempunyai struktur molekul berongga yang pertama kali ditemukan di alam. Dalam zeolit, kandungan air dapat dilepaskan secara reversibel artinya apabila zeolit dipanaskan maka molekul airnya akan terlepas. Pada waktu dan suhu yang sama zeolit akan menyerap air dari lingkungan sekelilingnya. Hilangnya air dengan mudah yang berlangsung secara reversibel ini merupakan sifat dari material yang memiliki struktur terbuka dan mirip spon. Struktur ini menjelaskan fungsi zeolit sebagai penukar ion, adsorben, dan katalis (Dyer, 1994).

Zeolit adalah kristal aluminosilikat 3 dimensi, dengan kerangka anion terbuka yang terdiri dari TO_4 tetrahedral dengan atom O menghubungkan tetrahedral tetangga, di mana T adalah Si atau Al. Struktur kerangka zeolit mengandung rongga yang saling berhubungan yang diisi oleh molekul teradsorpsi atau kation (Bekkum, *et al.*, 2001). Zeolit memiliki beberapa tipe seperti zeolit X, zeolit Y, zeolit ZMS-S, zeolit TS-1, dan zeolit A. Setiap tipe zeolit memiliki tipe struktur yang dituliskan dengan kode yang terdiri dari 3 huruf. Kode tersebut digunakan untuk mengetahui topologi kerangka dari komposisi zeolit. Zeolit A memiliki tipe struktur *Linde Type A* (LTA). Zeolit A memiliki diameter pori paling kecil daripada zeolit lainnya. Diameter pori zeolit A sebesar 0,3 – 0,45 nm (Petrov and Michalev, 2012). Struktur zeolit A dapat dilihat seperti pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur zeolit A

2.4. Kinerja Elektroda dan Validitas Metode

Kinerja elektroda pada suatu pengukuran dapat dilihat dari beberapa parameter meliputi waktu respon elektroda, waktu hidup elektroda, jangkauan pengukuran, batas deteksi, selektivitas, presisi, dan akurasi.

Waktu respon adalah waktu yang dibutuhkan elektroda untuk merespon suatu analit (Purwanto *et al.*, 2011). Aktivitas sistem pengenalan molekul dari analit mempengaruhi waktu respon dari elektroda. Semakin tinggi aktivitas, maka waktu respon akan semakin singkat (Thevenot *et al.*, 2001).

Waktu hidup (*life time*) elektroda merupakan usia pemakaian elektroda yang menunjukkan batas waktu dimana elektroda masih dapat digunakan dengan baik yang dilakukan dengan pengukuran potensial elektroda yang masih menghasilkan faktor Nernst dengan nilai $\pm 1-2$ mV dari nilai teoritis ($\frac{59,2}{n}$) (Kembaren, 2013).

Jangkauan pengukuran merupakan rentang konsentrasi yang masih memberikan sinyal linier dan masih memenuhi persamaan Nernst pada kurva potensial (E) terhadap log konsentrasi (Bakker, 1997). Pada metode potensiometri,

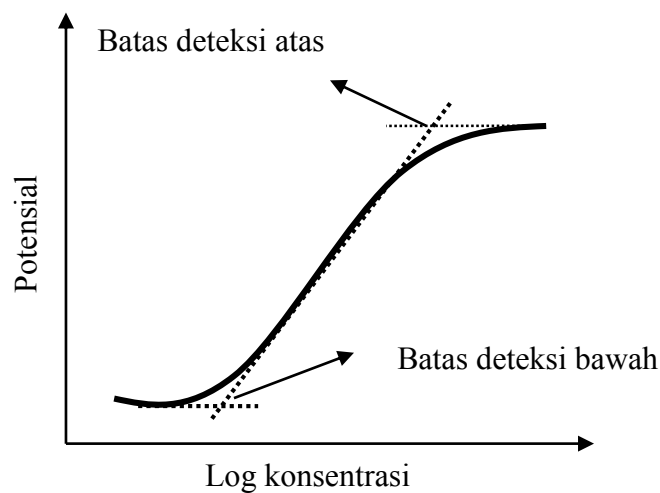
korelasi antara potensial elektroda yang terukur dengan keaktifan analit dalam larutan dinyatakan oleh persamaan Nernst pada persamaan 2.1.

$$E_{\text{sel}} = E^{\circ} \pm 2,303 \frac{RT}{nF} \log C \dots\dots\dots(2.1)$$

dimana R adalah konstanta gas ideal yang bernilai 8,3145 Joule K⁻¹mol⁻¹, T adalah suhu absolut yang bernilai 298 °K, n adalah jumlah elektron yang terlibat, F adalah bilangan Faraday yang bernilai 96.500 Coulomb, dan C adalah konsentrasi.

Suatu elektroda selektif ion (ESI) dikatakan telah memenuhi persamaan Nernst jika faktor Nernstnya bernilai 59,2/n (± 1-2 mV). Apabila faktor Nernst yang diperoleh melebihi nilai tersebut, maka disebut super-nernstian, dan jika kurang dari nilai faktor Nernst disebut sub-nernstian (Cattral, 1997).

Batas deteksi adalah kadar terkecil dari suatu analit yang terkandung pada sampel yang masih dapat terukur oleh suatu alat atau metode. Batas deteksi diperoleh dengan menentukan titik potong ekstrapolasi garis linier pada jangkauan pengukuran dengan garis singgung kurva non linier yang dapat ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Kurva penentuan batas deteksi pada analisis secara potensiometri

Elektroda pada potensiometri memiliki karakter selektif untuk analit tertentu. Tingkat selektivitas suatu elektroda ditentukan oleh nilai koefisien selektivitas. Pada pengukuran dengan metode potensiometri sebagian besar membran sensor dari elektroda akan menyensor analit atau ion utama, tetapi ada juga kemungkinan kontribusi dari ion lain yang dapat berinteraksi dengan membran sensor. Pada umumnya, koefisien selektivitas diketahui melalui persamaan Nikolsky-Eisenman pada persamaan 2.2.

$$E = \text{konstan} + \frac{RT}{nF} \ln[a_i + K_{i,j}^{\text{pot}} \cdot a_j^{n/x}] \dots \dots \dots (2.2)$$

dimana a_i adalah aktivitas analit dalam campuran, $K_{i,j}^{\text{pot}}$ adalah koefisien selektivitas, n adalah valensi analit, x adalah matriks pengganggu, dan a_j adalah aktivitas matriks pengganggu dalam campuran. Selanjutnya koefisien selektivitas dapat dihitung dengan persamaan 2.3.

$$K_{i,j}^{\text{pot}} = \frac{a_i \cdot 10^{\frac{E_2 - E_1}{s} \cdot \frac{n}{x}} - 1}{a_j^x} \dots \dots \dots (2.3)$$

dimana $K_{i,j}^{\text{pot}}$ adalah koefisien selektivitas, a_i adalah aktivitas analit dalam campuran, a_j adalah aktivitas matriks pengganggu dalam campuran, E_1 adalah potensial tanpa adanya matriks pengganggu, E_2 adalah potensial dengan adanya matriks pengganggu, s adalah kemiringan kurva (*slope*) analit, n adalah muatan analit, dan x adalah muatan matriks pengganggu. Apabila nilai $K_{i,j}^{\text{pot}} \approx 1$, maka sensitivitas elektroda terhadap analit dan matriks pengganggu hampir sama. Jika $K_{i,j}^{\text{pot}} > 1$, maka elektroda lebih selektif terhadap matriks pengganggu, namun jika $K_{i,j}^{\text{pot}} < 1$, maka elektroda lebih selektif terhadap analit yang diukur (Cattrall, 1997).

Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan kadar yang diperoleh dari hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya, sedangkan presisi atau keterulangan merupakan keseksamaan metode jika dilakukan pengukuran oleh analis yang sama dan dalam interval waktu yang pendek. Uji akurasi dan presisi dilakukan untuk menilai ketepatan metode analisis dan ketelitiannya (Harmita, 2004). Akurasi dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan 2.4.

$$Er = \frac{|x_i - x_t|}{x_t} \times 100\% \dots \dots \dots (2.4)$$

dimana x_i adalah konsentrasi yang terukur dan x_t adalah konsentrasi yang sebenarnya (Skoog *et al.*, 2014).

Presisi dapat dinyatakan dengan nilai koefisien variasi (KV) yang dihitung dengan persamaan 2.5.

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \dots \dots \dots (2.5)$$

$$SD = \frac{\sqrt{\sum (x_i - \bar{x})^2}}{n-1} \dots \dots \dots (2.6)$$

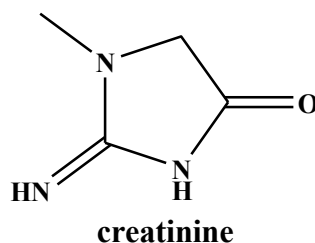
dimana SD adalah standar deviasi, x_i adalah hasil analisis ke-i, \bar{x} adalah nilai rata-rata hasil analisis, dan n adalah banyaknya pengukuran.

2.5. Analisis Kreatinin

Kreatinin adalah produk protein otot yang merupakan hasil akhir metabolisme otot yang diekskresikan oleh ginjal dalam urin melalui kombinasi filtrasi dan sekresi. Kreatinin merupakan indikator yang berguna untuk mengevaluasi fungsi ginjal seseorang dalam laboratorium klinis. Kadar kreatinin meningkat seiring

dengan bertambahnya usia dan akibat penurunan massa otot dan penurunan produksi kreatinin (Cha *et al.*, 2001).

Kreatinin terbentuk dari 1-1,3 % kreatin pada pH 7,0-7,2 dan suhu 38°C. kreatin merupakan satu-satunya prekursor kreatinin (Koay and Walmsley, 1989). Kreatinin mempunyai rumus molekul $C_4H_7N_3O$. Nama lain dari kreatinin adalah 2-amino-1,5-dihidro-1-metil-4H-imidazol-4-on dan 2-amino-1-metil-4-imidazol-idinon. Komposisi penyusun kreatinin yaitu 42,4% C, 6,24% H, 37,15% N, 14,14% O dengan massa molekul relatif (Mr) sebesar 113,12 g/mol. Tingkat kebasaaan kreatinin dinyatakan dengan pKb sebesar 10,45. Kreatinin larut dalam air dan sukar larut dalam pelarut non polar seperti aseton, eter, dan kloroform (O'Neil, 2001). Konsentrasi normal kreatinin dalam darah pada umumnya sekitar 0,6-1,2 mg/dL (Guo *et al.*, 2005). Struktur kreatinin dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur kreatinin

Penentuan kadar kreatinin sangat penting dilakukan untuk menunjukkan keadaan fungsi ginjal. Beberapa metode yang sering dipakai untuk pemeriksaan kreatinin pada bidang kesehatan adalah *Jaffe reaction*. *Jaffe reaction* merupakan metode penentuan kreatinin secara spektrofotometri. Dasar dari metode spektrofotometri ini adalah kreatinin dalam suasana alkalis dengan pereaksi asam pikrat membentuk senyawa berwarna kuning jingga dan diukur menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 492 nm (Sewell *et al.*, 2002).

Lakhsmi *et al*, (2006) melakukan analisis kreatinin secara voltammetri menggunakan elektroda *hanging mercury drop electrode* (HMDE) termodifikasi polimelamin ko-kloranil sebagai monomer. Hasil penelitian tersebut menunjukkan respon arus linier berada pada rentang konsentrasi 0,0025-84,0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ dan limit deteksi yang diperoleh adalah $1,49 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\text{mL}$. Elektroda termodifikasi tersebut mempunyai selektivitas yang tinggi untuk kreatinin dalam matriks NaCl, urea, kreatin, kreatinin, fenilalanin, tirosin, histidin dan sitosin.

Pengembangan sensor kreatinin dengan cara memodifikasi *hanging mercury drop electrode* (HMDE) dengan *molecularly imprinted polymer* (MIP) secara voltammetri lucutan dengan monomer yang digunakan adalah anilin dan ammonium peroksodisulfat sebagai inisiator telah dilakukan (Azhar, 2012). Dari hasil penelitian ini diperoleh koefisien korelasi (r) sebesar 0,9985, harga KV antara 2,04% hingga 13,44% untuk konsentrasi 1-5 ppb, sensitivitas metode sebesar $3,47 \times 10^4 \text{ nA}/\text{ppb.cm}^2$ dengan limit deteksi 0,2787 ppb dan akurasi untuk konsentrasi 1-5 ppb tersebut sebesar 95,64-105,61%.

Arwindah (2010) memodifikasi elektroda *glassy karbon* dengan MIP menggunakan monomer anilin untuk menganalisis asam urat secara voltammetri *stripping*. Metode voltammetri untuk analisis asam urat dalam sampel serum masih diganggu urea dengan rentang penyimpangan arus antara 2,6 – 4,68 %. Pada penelitian tersebut menghasilkan limit deteksi 0,323 ppb dengan sensitivitas metode sebesar $0,96 \mu\text{A}/\text{ppb}$.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Penelitian, Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga. Penelitian dilaksanakan pada bulan Januari sampai dengan bulan Juni 2016.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1. Bahan penelitian

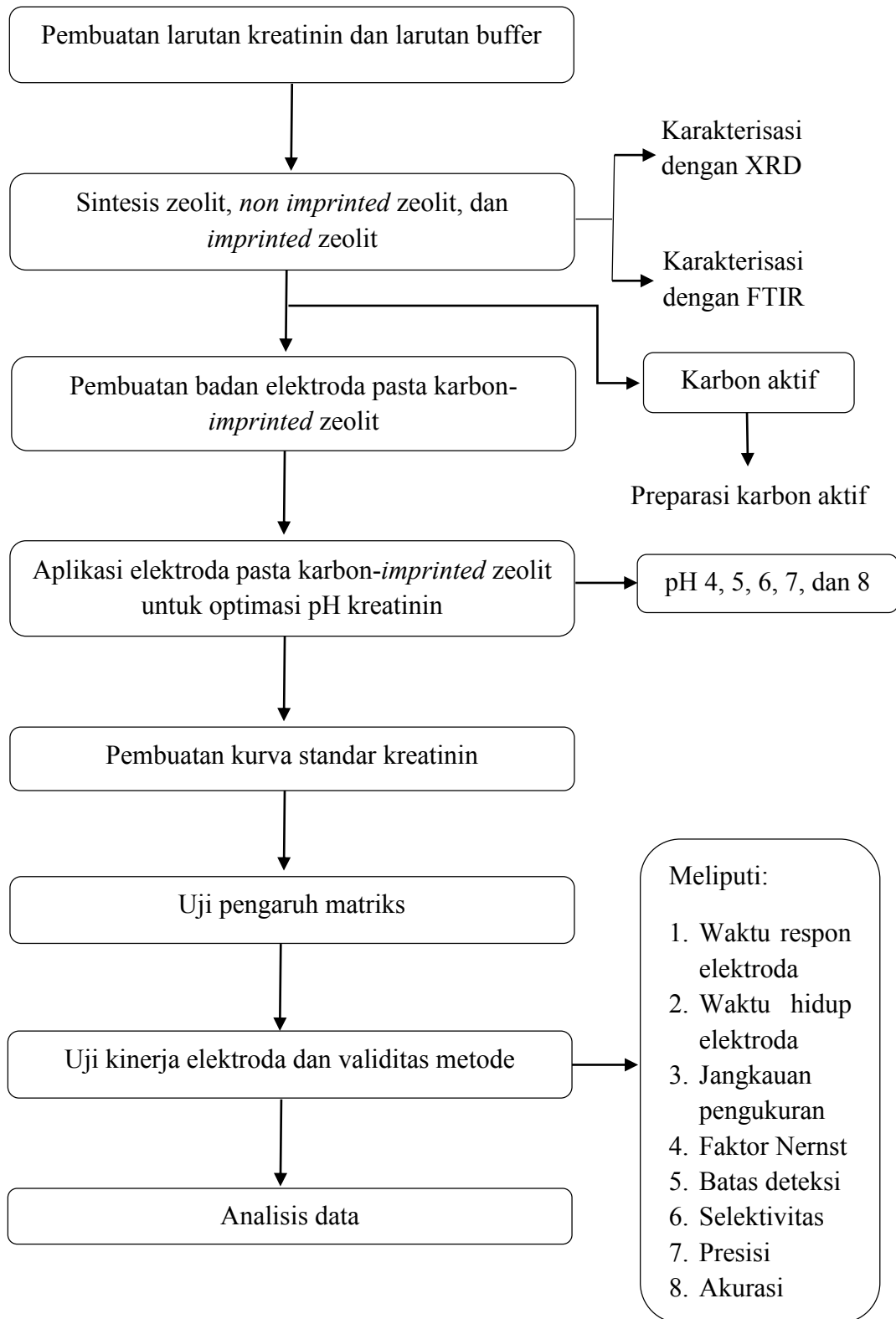
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kreatinin, silikon dioksida (SiO_2), natrium aluminat (NaAlO_2), asam asetat glasial (CH_3COOH), natrium asetat (CH_3COONa), natrium dihidrogenfosfat dihidrat ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dinatrium hidrogenfosfat dihidrat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), urea, perak nitrat (AgNO_3), kawat perak (Ag; dengan tingkat kemurnian 100%), parafin padat, serbuk karbon, dan asam fosfat (H_3PO_4). Bahan kimia yang digunakan memiliki derajat kemurnian pro analisis. Air yang digunakan adalah akuades.

3.2.2. Alat penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat potensiometer *Cyberscan* 510 beserta elektroda pembanding Ag/AgCl, timbangan analitik *Mettler* AE 200, *hotplate Termolyn* S46410-26, mortar agat,

spektrofotometer *fourier transform infrared (FTIR) Shimadzu*, *X-ray diffraction (XRD) Shimadzu*, adsorpsi desorpsi N₂ *Quantachrome Instruments version 2.0*, pengaduk magnetik, *tube* mikropipet 1 mL, pH meter *Cyberscan Eutech instruments pH 510*, botol polipropilen, *sentrifuge Hittech EBA 20*, oven *NAPCO Vacuum Oven Model 5851*, dan alat-alat gelas yang umum digunakan di laboratorium kimia.

3.3. Diagram Alir Penelitian



3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Pembuatan larutan kreatinin

3.4.1.1. Pembuatan larutan induk kreatinin 10^{-1} M

Ditimbang sebanyak 1,1312 gram kreatinin, kemudian dilarutkan dengan akuades dalam gelas beker 100 mL. Selanjutnya larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif, diencerkan menggunakan akuades sampai tanda batas serta dikocok hingga larutan menjadi homogen.

3.4.1.2. Pembuatan larutan kerja kreatinin 10^{-2} M – 10^{-8} M

Larutan kerja kreatinin 10^{-2} M dibuat dengan cara memipet 10,0 mL larutan induk kreatinin 10^{-1} M, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas serta dikocok hingga larutan homogen.

Larutan kerja kreatinin 10^{-3} M dibuat dengan cara memipet 10,0 mL larutan kreatinin 10^{-2} M, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas serta dikocok hingga larutan homogen.

Larutan kerja kreatinin 10^{-4} M dibuat dengan cara memipet 10,0 mL larutan kreatinin 10^{-3} M, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas serta dikocok hingga larutan homogen.

Larutan kerja kreatinin 10^{-5} M dibuat dengan cara memipet 10,0 mL larutan kreatinin 10^{-4} M, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas serta dikocok hingga larutan homogen.

Larutan kerja kreatinin 10^{-6} M dibuat dengan cara memipet 10,0 mL larutan kreatinin 10^{-5} M, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas serta dikocok hingga larutan homogen.

Larutan kerja kreatinin 10^{-7} M dibuat dengan cara memipet 10,0 mL larutan kreatinin 10^{-6} M, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas serta dikocok hingga larutan homogen.

Larutan kerja kreatinin 10^{-8} M dibuat dengan cara memipet 10,0 mL larutan kreatinin 10^{-7} M, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas serta dikocok hingga larutan homogen.

3.4.2. Pembuatan larutan buffer

3.4.2.1. Pembuatan larutan asam asetat 2 M

Larutan asam asetat 2 M dibuat dengan mengambil sebanyak 11,5 mL asam asetat glasial yang kemudian dimasukkan tetes demi tetes ke dalam 50 mL akuades dalam gelas beker. Larutan diencerkan dengan akuades hingga volume 100 mL dan diaduk hingga homogen.

3.4.2.2. Pembuatan larutan natrium asetat 2 M

Larutan natrium asetat 2 M dibuat dengan cara melarutkan sebanyak 16,4 gram natrium asetat dengan 50 mL akuades pada gelas beker. Larutan ditambahkan akuades sampai volume 100 mL dan diaduk hingga larutan homogen.

3.4.2.3. Pembuatan larutan dinatrium hidrogenfosfat 2 M

Larutan dinatrium hidrogenfosfat 2 M dibuat dengan cara melarutkan sebanyak 35,60 gram dinatrium hidrogenfosfat dihidrat dengan 50 mL akuades

pada gelas beker. Larutan ditambahkan akuades sampai volume 100 mL dan diaduk hingga homogen.

3.4.2.4. Pembuatan larutan natrium dihidrogenfosfat 2 M

Larutan natrium dihidrogenfosfat 2 M dibuat dengan cara melarutkan sebanyak 31,20 gram natrium dihidrogenfosfat dihidrat dengan 50 mL akuades pada gelas beker. Larutan ditambahkan akuades sampai volume 100 mL dan diaduk hingga homogen.

3.4.2.5. Pembuatan larutan buffer asetat pH 3, 4, dan 5

Larutan buffer asetat pH 3, pH 4, dan pH 5 dibuat dengan mencampurkan larutan asam asetat 2 M dan larutan natrium asetat 2 M ke dalam gelas beker dengan komposisi volume larutan seperti pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Komposisi volume larutan natrium asetat 2 M dan larutan asam asetat 2 M pada pembuatan larutan buffer asetat.

pH teoritis	volume (mL)	
	CH ₃ COOH 2 M	CH ₃ COONa 2 M
3	49,2	0,75
4	42,5	7,5
5	18	32

Selanjutnya, pH masing-masing campuran larutan diukur menggunakan pH meter. Apabila pH larutan buffer asetat terlalu asam, maka ditambahkan larutan CH₃COONa 2 M tetes demi tetes hingga mencapai pH yang diinginkan. Apabila pH terlalu basa, maka perlu ditambahkan larutan CH₃COOH 2 M tetes demi tetes hingga mencapai pH yang diinginkan.

3.4.2.6. Pembuatan larutan buffer fosfat pH 6, 7, dan 8

Larutan buffer fosfat pH 6, 7, dan 8 dibuat dengan mencampurkan larutan NaH_2PO_4 2 M dan larutan Na_2HPO_4 2 M ke dalam gelas beker dengan komposisi volume larutan seperti pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Komposisi volume larutan natrium dihidrogenfosfat 2 M dan larutan dinatrium hidrogenfosfat 2 M pada pembuatan larutan buffer fosfat.

pH teoritis	volume (mL)	
	NaH_2PO_4 2 M	Na_2HPO_4 2 M
6	47	3
7	31	19
8	7	43

Selanjutnya, pH masing-masing campuran larutan diukur menggunakan pH meter. Apabila pH larutan buffer fosfat terlalu asam, maka perlu ditambahkan Na_2HPO_4 2 M tetes demi tetes hingga mencapai pH yang diinginkan. Apabila pH terlalu basa, maka ditambahkan larutan NaH_2PO_4 2 M tetes demi tetes hingga mencapai pH yang diinginkan.

3.4.3. Pembuatan larutan urea

3.4.3.1. Pembuatan larutan induk urea 10^{-1} M

Larutan induk urea 10^{-1} M dibuat dengan cara menimbang urea sebanyak 0,6000 gram, kemudian dilarutkan dengan 20 mL akuades dalam gelas beker dan diaduk hingga larutan homogen. Selanjutnya larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas, kemudian dikocok hingga larutan homogen.

3.4.3.2. Pembuatan larutan kerja urea 10^{-3} M, 10^{-4} M, dan 10^{-5} M

Larutan kerja urea 10^{-3} M dibuat dengan cara memipet sebanyak 0,5 mL larutan induk urea 10^{-1} M, kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas, serta dikocok hingga larutan homogen.

Larutan kerja urea 10^{-4} M dibuat dengan cara memipet sebanyak 5,0 mL larutan induk urea 10^{-3} M, kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas, serta dikocok hingga larutan homogen.

Larutan kerja urea 10^{-5} M dibuat dengan cara memipet sebanyak 5,0 mL larutan induk urea 10^{-4} M, kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas, serta dikocok hingga larutan homogen.

3.4.4. Sintesis zeolit A, *non imprinted* zeolit (NIZ), dan *imprinted* zeolit (IZ)

3.4.4.1. Sintesis zeolit A

Zeolit A disintesis dengan menggunakan bahan dasar SiO_2 , NaAlO_2 , dan akuades dengan perbandingan mol Na_2O , Al_2O_3 , SiO_2 , dan H_2O sebesar 4: 1: 1, 8: 270 (Titus *et al.*, 2008). Sebanyak 8,2 gram NaAlO_2 dilarutkan dengan 113 mL akuades dalam botol polipropilen 250 mL, kemudian ditambah dengan 5,2 mL SiO_2 tetes demi tetes sambil diaduk dengan pengaduk magnetik hingga homogen. Pada saat penambahan SiO_2 , mulut botol polipropilen ditutup dengan menggunakan aluminium foil dan disisakan sedikit celah untuk tempat masuknya pipet.

Sebanyak $\frac{1}{3}$ bagian dari campuran tersebut kemudian dipanaskan secara hidrotermal di dalam oven pada suhu 100°C selama 45 jam. Pada saat proses hidrotermal, tutup botol polipropilen direkatkan dengan *seal tape* untuk

menghindari menguapnya campuran ke lingkungan. Setelah itu campuran dicuci dengan akuades dengan bantuan sentrifugasi hingga diperoleh pH netral. Padatan zeolit A hasil sintesis dikeringkan di dalam oven pada suhu 80°C. Padatan zeolit yang terbentuk dikarakterisasi dengan XRD dan spektrofotometer FTIR.

3.4.4.2. Sintesis *non imprinted* zeolit (NIZ)

Non imprinted zeolit dibuat dengan cara mengambil sebanyak $\frac{2}{3}$ bagian dari campuran SiO₂, NaAlO₂, dan akuades (prosedur 3.4.4.1). Campuran tersebut kemudian dipanaskan secara hidrotermal di dalam oven pada suhu 100°C selama 45 jam. Selanjutnya campuran didinginkan pada suhu ruang. Kemudian campuran tersebut ditambah dengan kreatinin sebanyak 1,5576 gram yang telah dilarutkan terlebih dahulu dalam 7 mL akuades sambil diaduk selama 30 menit, sehingga diperoleh perbandingan mol kreatinin/Si adalah 0,306 (Chandra, 2014).

Campuran lalu didiamkan selama 3 jam agar partikel-partikel kreatinin dapat masuk dan terperangkap ke dalam pori-pori zeolit sehingga mampu menyesuaikan ukuran pori-pori kreatinin. Larutan kemudian disentrifugasi. Pada proses tersebut dihasilkan endapan putih *non imprinted* zeolit pada lapisan bawah. Endapan yang dihasilkan dikeringkan di dalam oven (suhu 80°C). Padatan hasil sintesis *non imprinted* zeolit dihaluskan dengan mortar dan dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR.

3.4.4.3. Sintesis *imprinted* zeolit (IZ)

Imprinted zeolit dibuat dengan cara mengambil sebanyak $\frac{1}{3}$ bagian dari campuran SiO₂, NaAlO₂, dan akuades yang telah dilakukan penambahan kreatinin ($\frac{1}{2}$ bagian campuran prosedur 3.4.4.2). Sebagian padatan yang diperoleh dari

prosedur 3.4.4.2 setelah didiamkan selama 3 jam dilakukan sentrifugasi melalui penambahan air panas. Proses sentrifugasi dilakukan untuk mengekstraksi kreatinin dari pori-pori zeolit. Filtrat yang diperoleh selanjutnya diuji dengan indikator universal untuk mengetahui nilai pH dari campuran tersebut, apabila pH sudah netral maka sentrifugasi dihentikan dengan asumsi bahwa kreatinin telah terekstrak dari pori-pori zeolit. Sementara itu, endapan dikeringkan di dalam oven pada suhu 80°C. Padatan yang terbentuk ini merupakan *imprinted* zeolit (IZ) yang selanjutnya dihaluskan menggunakan mortar. Selanjutnya IZ dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR. Serbuk IZ ini digunakan sebagai campuran untuk memodifikasi elektroda pasta karbon.

3.4.5. Preparasi karbon

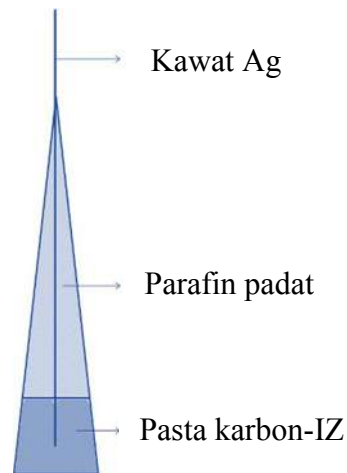
Karbon aktif ditingkatkan luas permukaannya melalui preparasi secara kimia dan fisika. Preparasi secara kimia dilakukan dengan merendam karbon pada larutan H_3PO_4 10^{-1} M hingga semua bagian karbon terendam selama 24 jam. Proses perendaman karbon disertai dengan proses pengadukan menggunakan pengaduk magnetik pada suhu ruang agar karbon dapat menyerap H_3PO_4 sehingga pengotor-pengotor anorganik seperti logam dapat larut bersama H_3PO_4 . Karbon yang telah direndam H_3PO_4 selanjutnya disaring dan dikeringkan di atas penangas air (Darmawan, 2009). Selanjutnya karbon didinginkan pada suhu ruang dan dicuci dengan akuades hingga tidak ada sisa H_3PO_4 . Untuk mengetahui bahwa karbon telah terbebas dari garam-garam fosfat maka filtrat hasil pencucian diuji dengan larutan AgNO_3 . Jika larutan telah bebas dari ion fosfat, maka dengan penambahan

larutan AgNO_3 tidak terbentuk endapan putih Ag_3PO_4 . Karbon dikeringkan diatas penangas air. Selanjutnya dilakukan perendaman karbon dalam larutan n-heksana selama 24 jam disertai dengan pengadukan menggunakan pengaduk magnetik untuk melarutkan pengotor golongan hidrokarbon yang menutupi pori karbon.

Preparasi secara fisika dilakukan dengan cara pemanasan pada suhu tinggi. Karbon aktif hasil preparasi secara kimia selanjutnya dipanaskan dalam furnace pada suhu 500°C selama 2 jam (Widhianti, 2010). Karbon aktif yang dihasilkan kemudian diuji luas permukaanya dan ukuran porinya menggunakan uji BET dan BJH. Karbon aktif ini digunakan sebagai material elektroda pasta karbon.

3.4.6. Pembuatan elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit

Pada pembuatan elektroda pasta karbon-IZ digunakan *tube* mikropipet sebagai wadah atau badan elektroda. Elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit mula-mula dibuat dengan memasang kawat Ag yang digunakan sebagai penghubung antara elektroda dengan alat potensiometer. Sebanyak $\frac{3}{4}$ bagian *tube* mikropipet diisi dengan parafin yang telah dilelehkan. Selanjutnya dibuat campuran karbon aktif, parafin padat, dan IZ. Campuran ini dipanaskan pada suhu 50°C agar terbentuk pasta. Pasta yang telah terbentuk diisikan ke bagian *tube* mikropipet yang belum terisi oleh parafin. Pengisian *tube* dilakukan dengan penekanan pada bagian permukaan elektroda sehingga *tube* dapat terisi penuh dan diperoleh elektroda yang padat. Kemudian ujung permukaan elektroda diratakan dengan cara menggosokkannya pada kertas HVS. Konstruksi elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Konstruksi elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit

3.4.7. Optimasi elektroda

3.4.7.1. Optimasi komposisi elektroda

Optimasi komposisi pasta karbon dan *imprinted* zeolit dalam pembuatan elektroda perlu dilakukan agar diperoleh elektroda yang dapat bekerja secara optimum. Untuk mengoptimasi komposisi dibuat elektroda dengan perbandingan komposisi karbon aktif, parafin, dan IZ yang bervariasi seperti yang ditampilkan pada Tabel 3.3. Massa total campuran antara karbon aktif, IZ, dan parafin padat adalah sebanyak 0,3000 gram.

Tabel 3.3. Komposisi karbon aktif, IZ, dan parafin padat pada pembuatan elektroda pasta karbon-IZ (Safitri, 2011).

Elektroda	Komposisi (% berat)		
	Karbon aktif	IZ	Parafin padat
E1	60	0	40
E2	55	5	40
E3	50	10	40
E4	45	15	40
E5	40	20	40

Masing-masing elektroda digunakan untuk mengukur potensial elektroda yang dicelupkan pada larutan kreatinin 10^{-2} - 10^{-8} M. Selanjutnya, dibuat suatu kurva hubungan antara log konsentrasi larutan kreatinin dengan potensial yang terukur (mV). Elektroda yang memiliki kinerja optimum adalah elektroda yang menghasilkan kinerja yang bagus yang dinyatakan dengan nilai faktor Nernst yang mendekati nilai teoritis, linieritas kurva kalibrasi yang mendekati angka satu dan jangkauan pengukuran yang luas. Setelah diperoleh komposisi elektroda pasta karbon-IZ dengan hasil optimum, maka dibuat elektroda pasta karbon-zeolit (EZ) dan elektroda pasta karbon-NIZ (ENIZ) dengan perbandingan komposisi karbon aktif, zeolit atau NIZ, dan parafin padat yang sama dengan komposisi optimum pada pembuatan elektroda pasta karbon-IZ. Selanjutnya dilakukan perbandingan kinerja elektroda pasta karbon termodifikasi zeolit, NIZ, dan IZ untuk mengetahui pengaruh cetakan kreatinin terhadap kinerja elektroda.

3.4.7.2. Optimasi pH larutan kreatinin

Optimasi pH dari larutan kreatinin dilakukan untuk mengetahui pengaruh pH terhadap pengukuran potensial elektroda. Larutan yang digunakan adalah larutan kreatinin dengan konsentrasi 10^{-3} M yang didapatkan dengan mengencerkan 1,0 mL larutan induk kreatinin 10^{-1} M dalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya, diambil sebanyak 5,0 mL larutan kreatinin 10^{-3} M dan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan dengan 2 mL larutan buffer pH 4. Dilakukan prosedur yang sama untuk penambahan larutan buffer pH 4, 5, 6, 7, dan 8. Masing-masing larutan ini kemudian dimasukkan ke dalam wadah sampel dan dilakukan analisis secara potensiometri dengan menggunakan elektroda kerja pasta karbon-IZ

dan elektroda pembanding Ag/AgCl. pH optimum dapat dilihat dari pH larutan pada saat pengukuran potensial elektroda menunjukkan harga yang relatif konstan.

3.4.8. Pembuatan kurva standar kreatinin

Kurva standar kreatinin dibuat dengan melakukan pengukuran potensial larutan kreatinin 10^{-8} M - 10^{-1} M dengan pH optimum elektroda pasta karbon-IZ. Dari data hasil pengukuran yang didapatkan, dibuat kurva hubungan antara potensial (mV) dengan log konsentrasi (log C) larutan kreatinin. Kurva yang berupa garis lurus disebut kurva standar larutan kreatinin.

3.4.9. Penentuan kinerja elektroda dan validitas metode analisis

3.4.9.1. Penentuan waktu respon elektroda

Penentuan waktu respon elektroda terhadap analit dilakukan dengan mengukur potensial larutan kreatinin 10^{-8} M - 10^{-1} M pada pH optimum menggunakan elektroda pasta karbon-IZ. Waktu yang diperlukan oleh elektroda hingga menghasilkan potensial yang konstan disebut waktu respon (Purwanto *et al.*, 2011).

3.4.9.2. Penentuan waktu hidup elektroda

Waktu hidup elektroda dihitung mulai elektroda digunakan dan menghasilkan kinerja yang baik sampai dengan mengalami penurunan yang bermakna pada kinerjanya. Uji penurunan kinerja elektroda ditentukan dengan mengukur potensial larutan kreatinin 10^{-4} M - 10^{-2} M menggunakan elektroda pasta

karbon-IZ sehingga dihasilkan nilai faktor Nernst. Apabila nilai faktor Nernst yang dihasilkan mengalami penurunan atau kenaikan hingga batas yang diperbolehkan ($\frac{59,2}{n} \pm 1-2$ mV), maka elektroda tersebut disebut mengalami penurunan kinerja.

3.4.9.3. Penentuan jangkauan pengukuran

Jangkauan pengukuran ditentukan dengan cara mengukur potensial larutan kreatinin 10^{-8} M - 10^{-1} M menggunakan elektroda hasil optimasi. Dari data yang dihasilkan dibuat kurva standar kreatinin yaitu kurva hubungan antara besarnya potensial yang terukur dengan log konsentrasi kreatinin. Dari kurva dihasilkan persamaan regresi linier. Rentang konsentrasi yang masih memberikan garis lurus pada kurva tersebut dan nilai faktor Nernstnya masih memenuhi nilai teoritis merupakan jangkauan pengukuran.

3.4.9.4. Penentuan batas deteksi

Batas deteksi menyatakan besarnya kadar analit terkecil dalam sampel yang masih dapat terukur atau dideteksi dengan baik oleh suatu metode. Penentuan batas deteksi dilakukan dengan membuat titik potong garis regresi linier dan *non* linier dari kurva hubungan antara potensial (mV) dan log konsentrasi kreatinin hasil pengukuran (prosedur 3.4.8). Jika titik potong kedua garis tersebut diekstrapolasi ke absis, maka akan diperoleh log konsentrasi batas deteksi dari elektroda. Anti log dari nilai tersebut disebut sebagai nilai batas deteksi.

3.4.9.5. Pengukuran selektivitas

Selektivitas elektroda dinyatakan dengan nilai koefisien selektivitas yang ditentukan dengan mengukur potensial larutan yang mengandung kreatinin 10^{-3} M dengan pH optimum. Selanjutnya dilakukan pengukuran potensial larutan yang

mengandung campuran kreatinin 10^{-3} M dan urea dengan konsentrasi akhir 10^{-4} M, 10^{-5} M, dan 10^{-6} M dengan pH optimum. Potensial yang diperoleh dari hasil pengukuran larutan yang mengandung kreatinin saja maupun larutan yang mengandung kreatinin dan urea disubstitusikan ke dalam persamaan 2.2.

3.4.9.6. Penentuan presisi

Presisi yang menyatakan derajat keterulangan ditentukan dengan menghitung simpangan baku (standar deviasi atau SD) dan koefisien variasi (KV) dari nilai potensial masing-masing larutan kreatinin 10^{-3} , 10^{-4} dan 10^{-5} M yang diukur dengan elektroda pasta karbon-IZ masing-masing sebanyak tiga kali pengulangan pengukuran. Selanjutnya, dilakukan perhitungan presisi menggunakan persamaan 2.5 dan 2.6.

3.4.9.7. Penentuan akurasi

Penentuan akurasi pada penelitian ini dilakukan dengan mengukur potensial larutan kreatinin 10^{-3} , 10^{-4} dan 10^{-5} M. Dari hasil pengukuran, potensial larutan kreatinin (dianalogikan sebagai nilai y) disubstitusikan ke dalam persamaan regresi linier kurva standar, sehingga diperoleh nilai konsentrasi kreatinin yang terukur. Nilai akurasi ditentukan dengan persamaan 2.4.

BAB IV

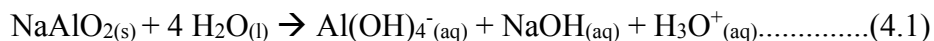
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan modifikasi elektroda pasta karbon dengan *imprinted* zeolit (IZ) sebagai sensor untuk analisis kreatinin secara potensiometri. Zeolit berfungsi sebagai media cetakan (*imprinter*) kreatinin, sedangkan kreatinin berfungsi sebagai pembentuk cetakan (*template*). Zeolit yang digunakan pada penelitian ini merupakan jenis zeolit *Linde Type A* (LTA).

4.1. Hasil Sintesis Zeolit, *Non-Imprinted* Zeolit (NIZ), dan *Imprinted* Zeolit (IZ)

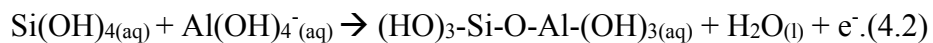
4.1.1. Hasil sintesis zeolit LTA

Zeolit LTA disintesis dengan menggunakan bahan dasar SiO₂ sebagai sumber Si, NaAlO₂ sebagai sumber Na₂O dan Al₂O₃, serta akuades sebagai pelarut. Zeolit LTA disintesis menggunakan prosedur pada penelitian yang telah dilakukan oleh Titus *et al.* (2008) dengan perbandingan mol Na₂O, Al₂O₃, SiO₂, dan H₂O sebesar 4 : 1 : 1,8 : 270. Langkah pertama pada sintesis zeolit LTA ini adalah melarutkan NaAlO₂ dengan H₂O sehingga menghasilkan cairan berwarna putih susu. Larutan ini bersifat basa dengan pH 14 sebab menghasilkan NaOH seperti reaksi pada persamaan 4.1.



Selama proses sintesis digunakan wadah berupa botol polipropilen sebab campuran yang dihasilkan bersifat basa sehingga jika menggunakan gelas

beker dikhawatirkan silika yang terkandung dalam gelas akan ikut larut dan menambah rasio Si dalam zeolit yang disintesis. Akibatnya zeolit LTA tidak dapat terbentuk, melainkan terbentuk zeolit jenis lain seperti zeolit analcime (Baerlocher *et al.*, 2007). Selanjutnya larutan ditambah SiO_2 tetes demi tetes dan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 1 jam hingga menghasilkan gel berwarna putih. Proses pengadukan selama 1 jam ini disebut sebagai proses *aging* yang merupakan proses pembentukan inti kristal zeolit (Houssin, 2003). Pada saat penambahan SiO_2 , mulut botol polipropilen ditutup dengan menggunakan aluminium foil. Reaksi yang terjadi seperti pada persamaan 4.2.



Langkah selanjutnya adalah proses hidrotermal pada suhu 100°C selama 45 jam. Pada saat proses hidrotermal, tutup botol polipropilen direkatkan dengan *seal tape* untuk menghindari menguapnya air sehingga komposisi campuran di dalam botol tetap terjaga. Botol polipropilen juga tahan terhadap panas hingga suhu 120°C dalam jangka waktu yang lama. Dari proses hidrotermal tersebut dihasilkan suspensi putih. Suspensi dihomogenkan kemudian $\frac{1}{3}$ bagian dari suspensi tersebut disentrifugasi dan menghasilkan 2 lapisan dimana lapisan atas berupa larutan tidak berwarna sedangkan lapisan bawah berupa padatan putih. Padatan yang terbentuk dicuci dengan akuades hingga pH netral untuk menghilangkan sisa NaOH. Setelah pH netral, endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C untuk

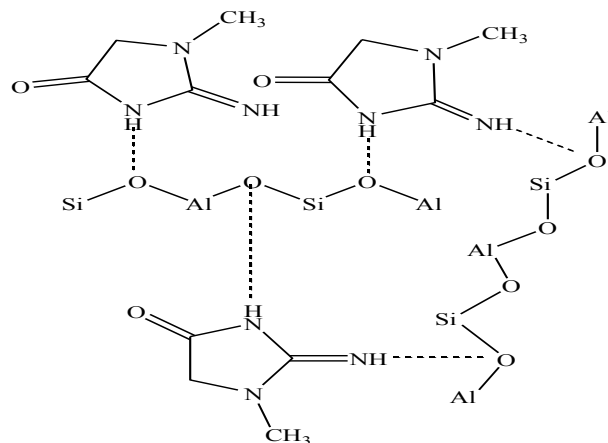
menghilangkan air yang masih terkandung dalam endapan sehingga dihasilkan padatan putih kering yang merupakan zeolit. Zeolit yang terbentuk dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR.

4.1.2. Hasil sintesis *non-imprinted* zeolit (NIZ)

Non-imprinted zeolit merupakan zeolit yang di dalam pori-porinya mengandung *template* yaitu kreatinin. NIZ dibuat dengan mengambil sebanyak $\frac{2}{3}$ bagian dari campuran SiO_2 , NaAlO_2 , dan akuades (prosedur 3.4.4.1). Kemudian campuran tersebut ditambah dengan kreatinin sebanyak 1,5576 gram (yang telah dilarutkan terlebih dahulu dalam akuades) sambil diaduk selama 30 menit dan sedikit pemanasan, sehingga diperoleh perbandingan mol kreatinin/Si adalah 0,306 (Chandra, 2014).

Selanjutnya campuran didiamkan selama 3 jam agar partikel-partikel kreatinin dapat masuk dan terperangkap ke dalam pori-pori zeolit sehingga mampu menyesuaikan dengan ukuran molekul kreatinin. Pada tahap ini, terjadi ikatan hidrogen antara molekul kreatinin dengan zeolit melalui atom H yang terikat pada N dalam kreatinin dan atom O pada zeolit (Fessenden and Fessenden, 1982). Ikatan hidrogen yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 4.1. Campuran kemudian dibagi menjadi dua bagian dimana $\frac{1}{2}$ bagian digunakan untuk sintesis IZ sedangkan sisanya disentrifugasi. Pada proses tersebut akan dihasilkan padatan putih zeolit pada lapisan bawah. Padatan yang dihasilkan dikeringkan di dalam oven (suhu 80°C). Padatan hasil sintesis

non imprinted zeolit dihaluskan dengan mortar dan dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR.

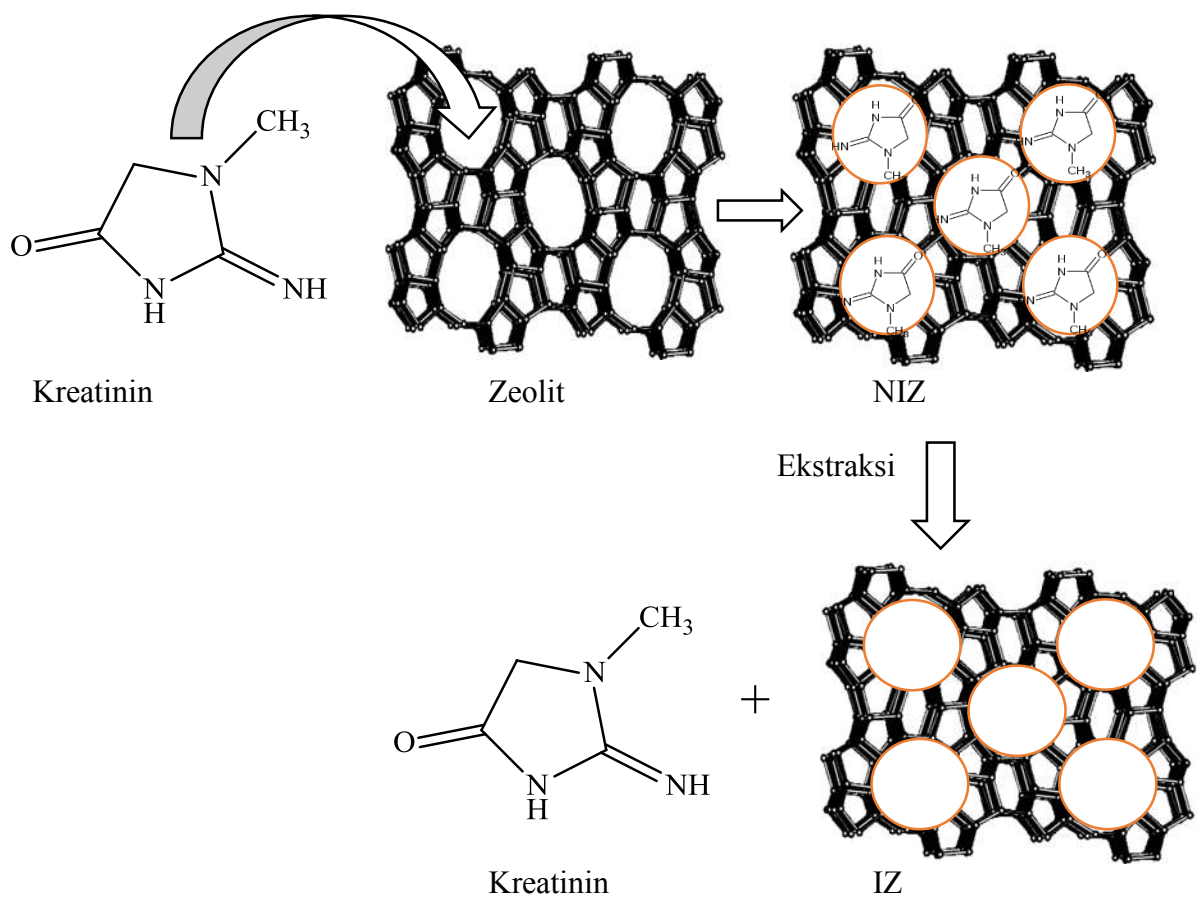


Gambar 4.1 Ikatan hidrogen yang terbentuk antara kreatinin dengan zeolit

4.1.3. Hasil sintesis *imprinted* zeolit (IZ)

Imprinted zeolit (IZ) merupakan zeolit yang di dalamnya sudah tercetak molekul kreatinin pada pori-porinya dimana ukuran porinya sudah sesuai dengan ukuran kreatinin. IZ diperoleh dari $\frac{1}{2}$ bagian hasil sintesis NIZ yang mengalami perlakuan ekstraksi. Kreatinin yang terdapat pada NIZ diekstraksi menggunakan air panas (suhu 80°C) melalui proses sentrifugasi selama 10 menit pada kecepatan 6000 rpm. Pada proses tersebut dihasilkan dua lapisan dimana lapisan atas berupa larutan tidak berwarna dan lapisan bawah berupa padatan putih. Padatan yang sudah dipisahkan dari filtratnya, diekstraksi lagi dengan air panas melalui proses sentrifugasi hingga filtratnya mencapai pH netral. Padatan dipanaskan dalam oven pada suhu 80°C selama 24 jam hingga diperoleh padatan kering berwarna putih. Padatan tersebut kemudian dihaluskan menjadi serbuk yang disebut IZ. Selanjutnya IZ

dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR. Serbuk IZ digunakan sebagai campuran untuk memodifikasi elektroda pasta karbon. Skema pembentukan *non-imprinted* zeolit dan *imprinted* zeolit dapat dilihat pada Gambar 4.2.

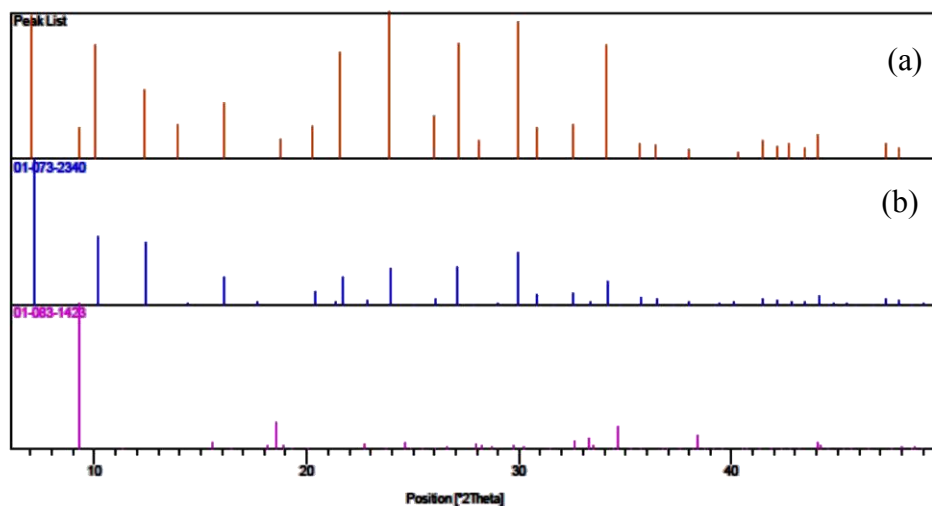


Gambar 4.2 Skema pembentukan *non-imprinted* zeolit dan *imprinted* zeolit

4.2. Hasil Karakterisasi Zeolit, *Non-Imprinted Zeolit (NIZ)*, dan *Imprinted Zeolit (IZ)*

4.2.1. Hasil karakterisasi zeolit dengan *x-ray diffraction (XRD)*

Karakterisasi zeolit dengan XRD dilakukan untuk mengetahui terbentuknya zeolit LTA. XRD merupakan suatu teknik analisis yang digunakan untuk mengetahui jenis struktur kristal, ketidaksempurnaan kristal, ukuran dan kisi kristal. Karakterisasi ini dilakukan pada rentang 2θ ($5-50^\circ$). Pola difraksi sinar X yang diperoleh dari hasil karakterisasi zeolit LTA dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X zeolit LTA hasil sintesis (a) dan zeolit LTA pada simulasi *Xpert MPD*

Pada Gambar 4.3 dapat dilihat pola difraksi yang dihasilkan, terdapat puncak dengan intensitas yang tinggi pada sudut 2θ $7,14^\circ$; $10,10^\circ$; $12,40^\circ$; $16,04^\circ$; $21,58^\circ$; $23,90^\circ$; $27,02^\circ$; $29,84^\circ$; dan $34,07^\circ$. Pada posisi 2θ $12,40^\circ$ terdapat satu puncak yang menunjukkan adanya orientasi struktur kubus dari zeolit LTA (Huang *et al.*, 2012). Selanjutnya puncak-puncak tersebut dibandingkan dengan pola

difraksi zeolit LTA pada Simulasi *Xpert MPD*, Terdapat kemiripan antara puncak difraktogram zeolit hasil sintesis dengan difraktogram zeolit pada Simulasi *Xpert MPD*, (Tabel 4.1) sehingga dapat disimpulkan bahwa serbuk putih hasil sintesis merupakan zeolit LTA.

Tabel 4.1 Data perbandingan puncak difraktogram zeolit LTA hasil sintesis dengan Simulasi *Xpert MPD*

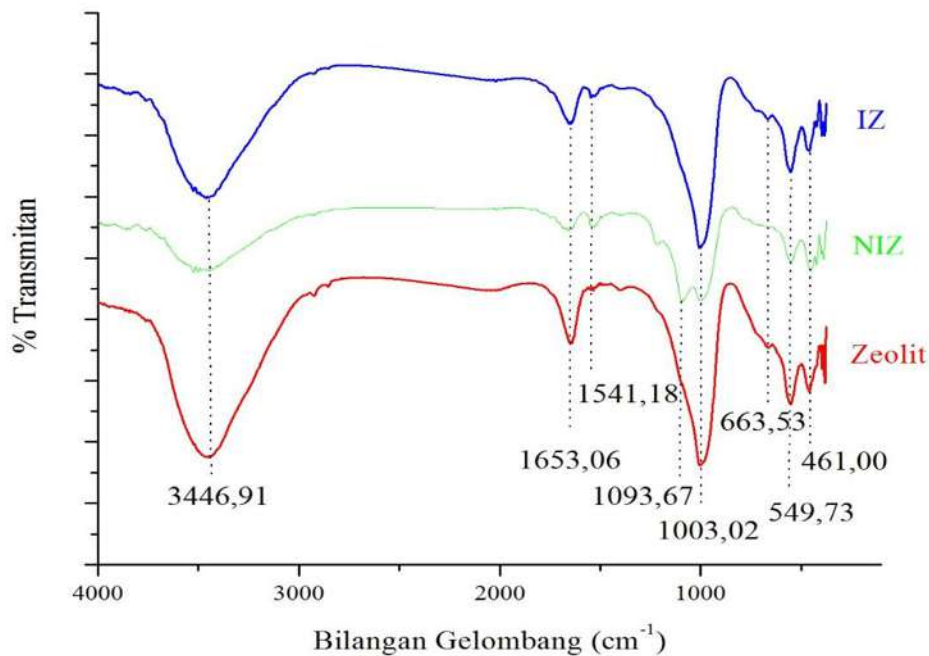
Posisi 2θ (°)	
Zeolit sintesis	Simulasi <i>Xpert MPD</i>
7,14	7,05
10,10	10,04
12,40	12,33
16,04	16,09
21,58	21,55
23,90	23,84
27,02	27,12
29,84	29,94
34,07	34,13

4.2.2 Hasil karakterisasi zeolit, *non-imprinted* zeolit (NIZ), dan *imprinted* zeolit (IZ) dengan spektrofotometer *fourier transform infrared* (FTIR)

Karakterisasi dengan spektrofotometer FTIR dilakukan untuk mengetahui dan membandingkan gugus fungsi yang terdapat pada zeolit, NIZ, dan IZ. Data bilangan gelombang puncak spektra dari hasil analisis FTIR dapat dilihat pada Tabel 4.2, sedangkan spektra FTIR kreatinin, zeolit, NIZ, dan IZ ditampilkan pada Gambar 4.4.

Tabel 4.2 Data bilangan gelombang hasil analisis spektra zeolit, NIZ, dan IZ

Bilangan Gelombang (cm^{-1})			Keterangan
Zeolit	NIZ	IZ	
3464	3481	3446	<ul style="list-style-type: none"> • Vibrasi ulur -OH dari Si-OH, Al-OH, dan H_2O. • Vibrasi ulur -NH dari kreatinin
1647	1662	1653	<ul style="list-style-type: none"> • Vibrasi tekuk -OH dari Si-OH, Al-OH, dan H_2O. • Vibrasi ulur C=O dari kreatinin
1220-1099	1220-1099	1220-1099	Vibrasi ulur asimetri Si-O-Si
1003	1001	1003	Vibrasi ulur asimetri Si-O , Al-O dari zeolit
549	549	551	Vibrasi cincin ganda kerangka zeolit
459	451	461	Vibrasi internal tetrahedral dari Si-O dan Al-O



Gambar 4.4 Spektra FTIR zeolit, NIZ, dan IZ

Spektra hasil karakterisasi zeolit memberikan beberapa puncak khas dari zeolit LTA yaitu pada bilangan gelombang sekitar 450, 550, 1000, dan

1600 cm^{-1} . Puncak pada bilangan gelombang sekitar 459 cm^{-1} menunjukkan vibrasi internal tetrahedral dari Si-O dan Al-O (Rios *et al.*, 2009). Puncak pada bilangan gelombang sekitar 550 cm^{-1} menunjukkan mulai terjadi kristalisasi zeolit dengan cincin ganda (Alkan *et al.*, 2005). Puncak pada bilangan gelombang sekitar 1000 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur asimetri Al-O dan Si-O dan pada bilangan gelombang sekitar 1600 cm^{-1} merupakan puncak dari vibrasi tekuk -OH dari Si-OH, Al-OH, dan H₂O (Rios *et al.*, 2009).

Hasil analisis dengan FTIR dari *non-imprinted* zeolit (NIZ) menunjukkan bahwa spektra NIZ tidak jauh berbeda dengan zeolit maupun IZ. Namun, pada bilangan gelombang 3446 cm^{-1} , puncak spektranya lebih lebar dibandingkan pada zeolit. Hal itu dikarenakan selain adanya vibrasi ulur -OH dari NIZ, juga ada vibrasi ulur -NH dari kreatinin. Selain itu pada bilangan gelombang 1653 cm^{-1} terdapat vibrasi ulur C=O dari kreatinin. Hal ini menunjukkan bahwa kreatinin telah masuk ke dalam struktur zeolit.

Tabel 4.3 menunjukkan data perbandingan luas area puncak spektra antara zeolit, NIZ, dan IZ. Perbandingan luas area antara bilangan gelombang 550 cm^{-1} dengan 3400 cm^{-1} digunakan sebagai dasar terbentuknya NIZ dan IZ (Prasetyoko *et al.*, 2012). Puncak pada bilangan gelombang 550 cm^{-1} dipilih karena merupakan puncak khas zeolit LTA dengan cincin ganda. Sedangkan bilangan gelombang 3400 cm^{-1} dipilih karena menunjukkan vibrasi ulur -OH dari Si-OH, Al-OH, dan H₂O serta vibrasi ulur -NH dari kreatinin.

Tabel 4.3 Data hasil perbandingan luas area zeolit, NIZ, dan IZ

Material	Luas area puncak pada		Luas area puncak pada $\frac{3400\text{ cm}^{-1}}{550\text{ cm}^{-1}}$
	3400 cm^{-1}	550 cm^{-1}	
Zeolit	18,625	82,959	0,2245
NIZ	11,726	73,425	0,1597
IZ	11,455	76,737	0,1492

Berdasarkan Tabel 4.3 diketahui perbandingan luas area puncak NIZ jika dibandingkan dengan zeolit mengalami penurunan dari 0,2245 menjadi 0,1597. Hal ini dikarenakan adanya kreatinin yang terperangkap dalam struktur zeolit pada pembuatan NIZ, sehingga intensitas pada spektra FTIR dari NIZ lebih kecil bila dibandingkan intensitas zeolit. Kreatinin tersebut memberikan vibrasi tambahan pada bilangan gelombang sekitar 1000 cm^{-1} yang juga merupakan vibrasi ulur asimetri Si-O, Al-O zeolit. Perbandingan luas permukaan NIZ dengan IZ mengalami penurunan dari 0,1597 menjadi 0,1492. Hal ini dikarenakan pada saat sintesis IZ dilakukan ekstraksi kreatinin yang menyebabkan terjadinya kerusakan struktur kristal zeolit yang menjadikan pori semakin besar dan zeolit LTA yang terbentuk semakin sedikit. Ekstraksi kreatinin mengurangi vibrasi pada bilangan gelombang sekitar 1000 cm^{-1} .

4.3 Hasil Preparasi Karbon

Perendaman karbon dengan H_3PO_4 10^{-1} M bertujuan agar pengotor-pengotor anorganik yang terdapat di dalam karbon seperti logam dapat larut bersama H_3PO_4 . Selanjutnya karbon dicuci dengan akuades untuk menghilangkan sisa H_3PO_4 . Untuk mengetahui karbon telah bebas H_3PO_4 ,

dilakukan uji penambahan AgNO_3 terhadap filtrat hasil pencucian. Jika terbentuk endapan putih maka filtrat hasil pencucian karbon masih mengandung H_3PO_4 , namun jika tidak ada endapan maka filtrat telah bebas H_3PO_4 . Reaksi yang terjadi pada uji ini seperti pada persamaan 4.4.



(Endapan putih)

Selanjutnya dilakukan pemanasan pada suhu tinggi (500°C), pada proses ini terjadi pemutusan rantai karbon dari senyawa organik (Jamilatun dan Martomo, 2014). Selain itu, suhu tinggi menyebabkan susunan atom karbon semakin teratur sehingga kristalinitasnya meningkat, dengan demikian konduktivitas listrik karbon semakin tinggi (Destyorini *et al.*, 2010). Karbon yang telah direaktivasi diuji luas permukaan dan ukuran porinya menggunakan uji BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) dan BJH (*Barret Joyner Halenda*). Pada penelitian ini, luas permukaan karbon yang diperoleh adalah sebesar $877,463 \text{ m}^2/\text{g}$. Ukuran pori karbon pada penelitian ini adalah $3,835 \text{ nm}$, hal ini menunjukkan bahwa karbon tersebut ukurannya mesopori. Kinerja suatu karbon sebagai akan baik apabila memiliki luas permukaan yang besar dengan ukuran pori yang kecil.

4.4. Hasil Optimasi Komposisi Material Penyusun Elektroda dan pH Larutan Kreatinin

Elektroda pasta karbon IZ merupakan elektroda kerja yang digunakan untuk mengukur kadar kreatinin secara potensiometri. Pada penelitian ini

dibutuhkan optimasi komposisi material penyusun elektroda dan optimasi pH larutan untuk mendapatkan kinerja elektroda yang optimum untuk pengukuran.

4.4.1. Hasil optimasi komposisi material penyusun elektroda

Elektroda kerja pada penelitian ini merupakan elektroda yang dibuat dari campuran antara karbon aktif, *imprinted* zeolit (IZ), dan parafin dengan komposisi yang bervariasi. Karbon dipilih dalam campuran pembuatan elektroda kerja karena karbon merupakan material yang memiliki sifat inert sehingga tidak bereaksi dengan analit. Selain itu, karbon juga memiliki luas permukaan yang besar, stabilitas kimia yang baik, dan konduktivitas yang tinggi (Yürüm *et al.*, 2009). Penambahan IZ bertujuan untuk meningkatkan selektivitas elektroda karena IZ memiliki sisi pengenalan yang selektif terhadap analit kreatinin, sehingga IZ hanya mampu mengenali kreatinin saja. Sedangkan parafin ditambahkan untuk merekatkan campuran antara karbon dengan IZ ketika dimasukkan ke dalam *tube* mikropipet. Dengan demikian, campuran tidak akan terlepas ketika digunakan saat pengukuran analit dalam larutan sampel.

Pada penelitian ini dibuat 5 buah elektroda dengan variasi komposisi elektroda seperti pada Tabel 3.3. Komposisi karbon dan IZ dibuat bervariasi, sedangkan komposisi parafin dibuat tetap. Komposisi antara karbon yang dicampur dengan zeolit dan NIZ dibuat sama dengan komposisi elektroda IZ yang optimum. Elektroda yang sudah dibuat kemudian direndam dalam

larutan kreatinin konsentrasi 10^{-4} M selama 24 jam untuk pengkondisian. Setelah itu, masing-masing elektroda digunakan untuk mengukur potensial elektroda pada larutan kreatinin 10^{-1} - 10^{-10} M secara potensiometri. Hasil pengukuran potensial larutan kreatinin dengan variasi komposisi elektroda pasta karbon-IZ ditampilkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Data potensial elektroda pasta karbon-IZ berbagai komposisi pada larutan kreatinin

Elektroda	Komposisi (%b)			Faktor Nernst (mV/dekade)	Linieritas (r)
	Karbon	IZ	Parafin		
E1	60	0	40	4,62	0,6286
E2	55	5	40	4,86	0,5385
E3	50	10	40	8,58	0,7165
E4	45	15	40	5,18	0,4929
E5	40	20	40	4,82	0,6739

Kinerja elektroda dapat dikatakan bagus apabila memiliki faktor Nernst bagus, serta jangkauan pengukuran yang luas dengan linieritas yang bagus. Sebuah elektroda dapat dikatakan baik apabila memiliki faktor Nernst yang mendekati nilai teoritis. Kreatinin merupakan molekul monovalen (Hassan *et al.*, 2005), sehingga secara teoritis kreatinin mempunyai faktor Nernst sebesar 59 mV/dekade. Berdasarkan Tabel 4.4 elektroda menghasilkan faktor Nernst yang kecil dan jauh dari nilai faktor Nernst teoritis, dilakukan pengukuran ulang dengan penambahan larutan KCl ke dalam masing-masing larutan. Larutan KCl merupakan larutan elektrolit yang dalam penambahannya diharapkan dapat meningkatkan sensitivitas pengukuran. Hasil pengukuran potensial elektroda pada larutan kreatinin

dengan penambahan larutan KCl dan variasi komposisi elektroda pasta karbon-IZ ditampilkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Data potensial elektroda pasta karbon-IZ berbagai komposisi pada pengukuran larutan kreatinin dengan penambahan larutan KCl.

Elektroda	Komposisi (%b)			Faktor Nernst (mV/dekade)	Linieritas (r)
	Karbon	IZ	Parafin		
E1	60	0	40	7,85	0,6613
E2	55	5	40	3,50	0,7000
E3	50	10	40	11,14	0,8607
E4	45	15	40	19,82	0,9652
E5	40	20	40	8,71	0,5524

Berdasarkan Tabel 4.5 elektroda yang menghasilkan faktor Nernst yang terbaik adalah elektroda E4 dengan faktor Nernst sebesar 19,82 mV/dekade. Selain faktor Nernst, parameter lain yang dilihat untuk mengetahui kerja optimum sebuah elektroda adalah linieritas kurva kalibrasi yang dinyatakan dengan harga koefisien korelasi kurva kalibrasi. Elektroda yang memiliki linieritas paling baik adalah elektroda E4 dengan r sebesar 0,9652.

Dari parameter di atas, dapat dilihat bahwa elektroda yang bekerja secara optimum adalah elektroda E4 yang terbuat dari perbandingan massa antara karbon, IZ, dan parafin sebesar 45: 15: 40. Elektroda E4 dipilih karena menghasilkan faktor Nernst dan linieritas yang paling bagus pada pengukuran larutan standar. Dalam optimasi komposisi elektroda, banyaknya karbon maupun IZ dapat mempengaruhi hasil pengukuran secara potensiometri. Pada saat pengukuran, IZ disini berfungsi untuk menangkap analit secara selektif sesuai cetakannya, yaitu molekul kreatinin. Banyaknya IZ yang ditambahkan

dalam pembuatan elektroda dapat mempengaruhi jumlah sisi pengenalan analit yang meningkatkan selektivitas elektroda (Liang *et al*, 2009). Secara teoritis, semakin banyak jumlah IZ yang ditambahkan maka semakin mendekati nilai faktor Nernst dan linieritasnya. Namun pada penelitian ini, penambahan IZ lebih dari 15% menghasilkan faktor Nernst, linieritas, dan jangkauan pengukuran yang kurang bagus bila dibandingkan elektroda dengan jumlah IZ 15%. Hal ini mungkin dikarenakan membran yang terbentuk menjadi kaku, sehingga elektroda memberikan respon yang rendah terhadap analit.

Selanjutnya dilakukan pembuatan elektroda pasta karbon-zeolit (EZ) dan elektroda pasta karbon-NIZ (ENIZ) dengan perbandingan komposisi karbon aktif, parafin, dan zeolit atau NIZ yang sama dengan komposisi elektroda E4. Hal ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh cetakan kreatinin terhadap kinerja elektroda. Data faktor Nernst dan linieritas kurva standar pada uji perbandingan kinerja elektroda E4, EZ, dan ENIZ ditampilkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6. Data faktor Nernst dan linieritas hasil uji kinerja elektroda E4, EZ, dan ENIZ

Elektroda	Komposisi (%b)			Faktor Nernst (mV/dekade)	Linieritas (r)
	Karbon	IZ/ NIZ/Z	Parafin		
E1	60	0	40	7,85	0,6613
E4	45	15	40	19,82	0,9652
EZ	45	15	40	12,89	0,6085
ENIZ	45	15	40	16,5	0,9073

Berdasarkan Tabel 4.6 elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan IZ yaitu E4, memberikan kinerja yang lebih baik dibandingkan dengan EZ dan ENIZ. Elektroda zeolit memiliki kinerja yang kurang bagus karena zeolit tidak mempunyai cetakan yang selektif terhadap kreatinin. Elektroda NIZ juga memiliki kinerja yang kurang bagus, hal ini dikarenakan pada NIZ terdapat molekul kreatinin yang berikatan dengan zeolit sehingga kreatinin tidak dapat mengalami perpindahan dari larutan ke elektroda, akibatnya potensial tidak dapat terukur dengan baik.

Elektroda pasta karbon yang dimodifikasi dengan IZ memberikan hasil yang lebih bagus bila dibandingkan elektroda tanpa IZ maupun dengan zeolit dan NIZ. Hasil pengukuran dengan elektroda yang mengandung zeolit menunjukkan nilai faktor Nernst yang rendah karena zeolit tidak mempunyai cetakan yang spesifik terhadap analit. Elektroda yang mengandung NIZ memiliki faktor Nernst yang rendah bila dibandingkan elektroda yang mengandung zeolit karena dalam NIZ masih terdapat kreatinin yang berikatan dengan zeolit LTA, sehingga kreatinin tidak dapat mengalami perpindahan dari larutan ke elektroda.

4.4.2. Hasil optimasi pH larutan kreatinin

Pada saat mengukur potensial suatu analit, kondisi pH dari analit terkadang dapat mempengaruhi hasil pengukuran. Apabila pH pada setiap konsentrasi larutan berbeda-beda, hal tersebut dapat mengakibatkan perbedaan hasil pengukuran sehingga potensial yang terukur nantinya tidak

stabil. Oleh karena itu, dibutuhkan pengaturan pH larutan saat pengukuran. Pada penelitian ini, optimasi pH larutan dilakukan pada rentang pH 4, 5, 6, 7, dan 8 dengan tujuan untuk mengetahui respon elektroda yang dihasilkan pada kondisi asam, netral, maupun basa. Elektroda yang digunakan adalah elektroda hasil optimasi yakni E4 dan E1 sebagai perbandingan.

Tabel 4.7 Data hasil pengukuran larutan kreatinin 10^{-8} - 10^{-2} M tanpa dan dengan pengaturan pH

Elektroda	pH	Jangkauan pengukuran (M)	Faktor Nernst (mV/dekade)	Linieritas (r)
E1	4	10^{-7} - 10^{-5}	4	0,9231
	5	10^{-7} - 10^{-5}	10	1,0000
	6	10^{-8} - 10^{-5}	2,5	0,9868
	7	10^{-8} - 10^{-5}	13	0,9980
	8	10^{-8} - 10^{-5}	4	0,9796
E4	*k	10^{-7} - 10^{-5}	19,5	0,9742
	4	10^{-5} - 10^{-3}	13,5	0,9643
	5	10^{-5} - 10^{-3}	2	1,0000
	6	10^{-7} - 10^{-5}	8	0,9796
	7	10^{-4} - 10^{-2}	58	0,9835
	8	10^{-6} - 10^{-4}	5,5	0,9973

*k) larutan kreatinin tanpa penambahan/tanpa pengaturan buffer

Berdasarkan Tabel 4.7 terlihat bahwa terdapat perbedaan potensial yang sebanding dengan perubahan pH larutan. Namun pada pH 6-7, potensial yang dihasilkan relatif konstan, sehingga pH tersebut diambil sebagai pH optimum dari pengukuran larutan kreatinin.

Kreatinin merupakan suatu senyawa yang mempunyai pH 7-9 pada suhu 25°C . Pada penelitian ini, kreatinin konsentrasi 10^{-2} - 10^{-10} M mempunyai rentang pH 6-8. Kreatinin memiliki 2 buah konstanta disosiasi yaitu $\text{pK}_{a1} = 4,8$ dan $\text{pK}_{a2} = 9,2$. Pada pH di bawah 4,8 kreatinin berada dalam bentuk

kation, sedangkan pada pH lebih dari 9,2 kreatinin berada dalam bentuk anion. Hal tersebut menunjukkan bahwa kreatinin dapat bersifat sebagai asam maupun basa atau netral (Gatti *et al.*, 1999). Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa kreatinin lebih stabil dalam bentuk netral yaitu pada pH 6-7. Pada penelitian ini dipilih pH 7. Hal ini juga sesuai dengan pH seperti pada darah yaitu 7,35 – 7,45.

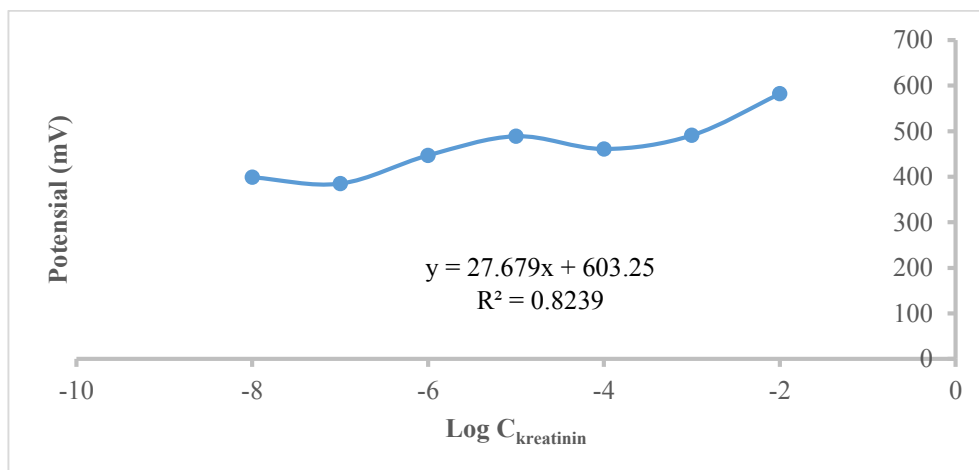
4.5. Hasil Penentuan Kurva Standar Kreatinin

Pada penelitian ini, kurva standar kreatinin diperoleh dari hasil pengukuran potensial larutan kreatinin konsentrasi 10^{-8} – 10^{-2} M pH 7 dengan penambahan buffer fosfat menggunakan elektroda E4 yang merupakan elektroda dari hasil optimasi komposisi material penyusunnya. Data hasil pengukuran potensial larutan kreatinin dapat dilihat pada Tabel 4.8. Dari data tersebut kemudian dibuat kurva hubungan antara log konsentrasi kreatinin dengan potensial yang terukur. Pada kurva hanya diambil titik-titik konsentrasi yang memberikan garis lurus dimana linieritasnya mendekati 1 dan memiliki faktor Nernst mendekati 59 mV/dekade.

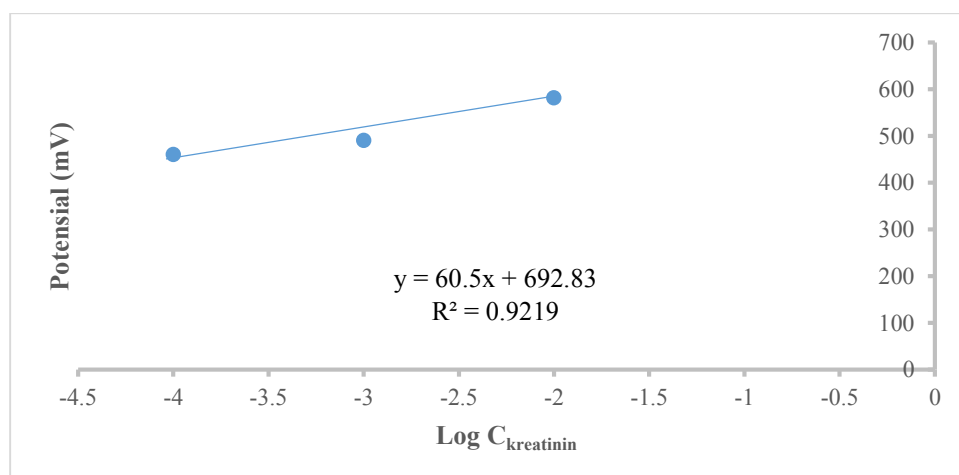
Tabel 4.8 Data potensial elektroda E4 pada pengukuran larutan standar kreatinin pH 7

Konsentrasi Kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	399
10^{-7}	385
10^{-6}	447
10^{-5}	489
10^{-4}	461
10^{-3}	491
10^{-2}	582

Berdasarkan data yang telah diperoleh, dibuat kurva hubungan antara log konsentrasi kreatinin sebagai sumbu x dan potensial sebagai sumbu y. Kurva standar kreatinin diambil dari kurva yang masih memberikan garis lurus (linier) dengan linieritas mendekati 1 dan faktor Nernst yang dibolehkan. Kurva hubungan antara log konsentrasi kreatinin dengan potensialnya ditampilkan pada Gambar 4.5, sementara kurva standar kreatinin ditampilkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.5 Kurva hubungan log konsentrasi kreatinin dengan potensial



Gambar 4.6 Kurva standar kreatinin

4.6. Hasil Penentuan Kinerja Elektroda dan Validitas Metode Analisis

4.6.1 Hasil penentuan waktu respon elektroda

Waktu respon merupakan waktu yang diperlukan elektroda untuk merespon analit dalam larutan. Waktu respon dihitung mulai saat elektroda kerja dimasukkan ke dalam larutan sampai dengan munculnya respon potensial yang stabil (Atikah and Fardiyah, 2013). Waktu respon yang didapatkan dari hasil pengukuran kreatinin menggunakan elektroda karbon IZ (E4) pada pH 7 dapat dilihat pada Tabel 4.9.

Tabel 4.9 Waktu respon elektroda pasta karbon-IZ (E4) terhadap larutan kreatinin

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)	Waktu respon
10^{-4}	81,6	22 detik
10^{-3}	81,7	18 detik
10^{-2}	118,5	11 detik

Menurut teori, semakin besar konsentrasi maka semakin cepat waktu respon elektroda karena konsentrasi yang semakin meningkat juga akan meningkatkan jumlah dan pergerakan molekul, sehingga molekul semakin cepat mengalami perpindahan dari larutan ke elektroda, begitu pula sebaliknya (Suwarno, 2008). Namun pada penelitian ini, waktu respon yang didapatkan tidak seperti yang telah diulas pada teori tersebut. Hal ini diduga dikarenakan potensiometer yang digunakan kurang stabil dan pada saat potensial sudah stabil, waktu untuk melihat potensial yang terukur juga kurang tepat sehingga hasilnya tidak sesuai teori.

4.6.2 Hasil penentuan jangkauan pengukuran

Jangkauan pengukuran adalah rentang konsentrasi yang masih memberikan garis lurus pada kurva hubungan log konsentrasi dengan potensial dan masih memenuhi persamaan Nernst (Bakker *et al.*, 1997). Suatu elektroda dapat dikatakan memiliki kinerja yang bagus apabila memiliki jangkauan pengukuran yang luas (Taylor *et al.*, 1994). Pada saat optimasi komposisi elektroda, didapatkan beberapa elektroda yang menghasilkan jangkauan pengukuran luas. Elektroda tersebut adalah elektroda E1 dan E4 dengan pengaturan pH yakni pH 7. Namun, jika dilihat dari faktor Nernst dan linieritasnya maka kinerja elektroda E4 jauh lebih baik bila dibandingkan elektroda yang lain. Elektroda E4 memiliki jangkauan pengukuran sebesar $10^{-4} - 10^{-2}$ M. Data jangkauan pengukuran antara elektroda E1 dan E4 dapat dilihat pada Tabel 4.10.

Tabel 4.10 Data jangkauan pengukuran dari elektroda E1 dan E4

Elektroda	pH	Jangkauan Pengukuran	Faktor Nernst	Linieritas
E1	pH 4	$10^{-7} - 10^{-5}$	4	0,9231
	pH 5	$10^{-7} - 10^{-5}$	10	1
	pH 6	$10^{-5} - 10^{-3}$	2,5	0,9868
	pH 7	$10^{-6} - 10^{-4}$	13	0,9980
	pH 8	$10^{-6} - 10^{-4}$	4	0,9796
E4	pH 4	$10^{-5} - 10^{-3}$	13,5	0,9643
	pH 5	$10^{-5} - 10^{-3}$	2	1
	pH 6	$10^{-7} - 10^{-5}$	8	0,9796
	pH 7	$10^{-4} - 10^{-2}$	60,5	0,9219
	pH 8	$10^{-6} - 10^{-4}$	5,5	0,9973

4.6.3 Hasil penentuan faktor Nernst

Pada potensiometri, kinerja elektroda dinyatakan baik apabila menghasilkan faktor Nernst yang mendekati nilai teoritis yakni $59,2/n$ ($\pm 1-2$ mV), dimana n adalah jumlah elektron yang terlibat. Kreatinin merupakan molekul monovalent (Hassan *et al.*, 2005), oleh karena itu nilai teoritis faktor Nernst kreatinin adalah 59,2 mV/dekade. Berdasarkan hasil dari kurva standar, didapatkan faktor Nernst sebesar 60,5 mV/dekade. Faktor Nernst ditunjukkan dari kemiringan (*slope*) persamaan regresi linier dimana persamaan regresi linier dari kreatinin yaitu $y = 60,5x + 692,83$. Sedangkan linieritas kurva standar kreatinin didapat dari nilai r persamaan regresi linier yaitu 0,9219.

4.6.4 Hasil penentuan batas deteksi

Batas deteksi menyatakan besarnya kadar analit terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur atau dideteksi dengan baik oleh suatu metode. Batas deteksi pada penelitian ini ditentukan dengan menarik garis perpotongan antara garis linier dan garis nonlinier dari kurva standar. Hasil penelitian menunjukkan bahwa batas deteksi yang dihasilkan sebesar $1,56 \times 10^{-6}$ M. Perhitungan batas deteksi ditampilkan pada Lampiran 9. Hasil tersebut menunjukkan bahwa elektroda karbon-IZ baik untuk digunakan karena memiliki batas deteksi yang rendah. Apabila digunakan untuk mengukur sampel serum dengan kadar kreatinin normal (10^{-4} M), maka hanya

membutuhkan sampel dalam jumlah yang kecil kemudian dilakukan pengenceran. Batas deteksi yang dihasilkan dari metode potensiometri dengan elektroda pasta karbon-IZ ini lebih baik bila dibandingkan dengan pengukuran kreatinin secara potensiometri menggunakan elektroda yang dibuat dari 2-nitrofenil oktil eter (NPOE) sebagai *plasticizer*, dibenzo-30-crown-10 (DB30C10) dan potassium tetrakis (p-klorofenil)borat (PTp-CIPB) sebagai ionofor dan *anionic site*. Pada penelitian tersebut menghasilkan batas deteksi sebesar $1,1 \times 10^{-5}$ mol/L (Elmosallamy, 2006).

4.6.5 Hasil penentuan presisi

Presisi merupakan keterulangan sinyal hasil analisis terhadap larutan yang konsentrasinya sama dan dilakukan pengulangan pengukuran dalam interval waktu yang pendek. Pada penelitian ini presisi dinyatakan dengan nilai *reproducibility*. Pengukuran dilakukan pada tiga larutan kreatinin yang berbeda, namun konsentrasi dari ketiga larutan tersebut sama. Perhitungan presisi dilakukan untuk konsentrasi kreatinin $10^{-2} - 10^{-4}$ M karena rentang tersebut merupakan jangkauan pengukuran dari elektroda E4. Pada penelitian ini presisi dinyatakan dengan nilai koefisien variasi (KV).

Berdasarkan hasil pengukuran maka didapatkan KV dari larutan kreatinin konsentrasi 10^{-4} M, 10^{-3} M, dan 10^{-2} M secara berturut-turut adalah 0,14%; 0,19%; dan 0,13%. Pada pengukuran secara potensiometri, nilai presisi dikatakan baik apabila pada konsentrasi 10^{-4} M - 10^{-2} M memiliki nilai

KV kurang dari 2,3% - 7,3% (Taverniers *et al.*, 2004). Semakin kecil nilai KV, maka semakin teliti elektroda yang digunakan untuk mengukur potensial kreatinin (semakin tinggi presisinya). Data hasil pengukuran potensial kreatinin dan harga KV dapat dilihat pada Tabel 4.11, sedangkan perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 9.

Tabel 4.11 Data hasil pengukuran potensial dan harga koefisien variasi menggunakan elektroda E4

Konsentrasi (M)	Potensial (mV)			KV (%)	Presisi (%)
	1	2	3		
10^{-4}	1045	1047	1048	0,14	99,86
10^{-3}	1112	1113	1116	0,19	99,81
10^{-2}	1170	1171	1173	0,13	99,87

4.6.6 Hasil penentuan akurasi

Pada penelitian ini, nilai akurasi didapatkan dari harga potensial dari kurva kalibrasi. Setelah didapatkan kurva kalibrasi, maka potensial dari larutan kreatinin konsentrasi 10^{-2} - 10^{-4} M (yang merupakan jangkauan pengukuran elektroda E4) dimasukkan ke dalam persamaan kurva kalibrasi tersebut untuk menghitung konsentrasi yang diperoleh. Konsentrasi dari hasil perhitungan kemudian dibandingkan dengan konsentrasi sesungguhnya, sehingga didapatkan nilai akurasinya.

Berdasarkan hasil perhitungan, maka didapatkan nilai akurasi dari larutan kreatinin konsentrasi 10^{-2} , 10^{-3} , dan 10^{-4} M secara berturut-turut adalah 53%, 46%, dan 53%. Untuk konsentrasi tersebut, dikatakan memiliki akurasi yang jika nilainya 80-110% (Taverniers *et al.*, 2004). Dengan demikian pengukuran kreatinin menggunakan elektroda pasta karbon-IZ yang

dikembangkan pada penelitian ini memiliki akurasi yang kurang baik. Data nilai akurasi dapat dilihat pada Tabel 4.12, sedangkan hasil perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 10.

Tabel 4.12 Nilai akurasi pada pengukuran larutan kreatinin menggunakan elektroda E4

Konsentrasi sebenarnya (M)	Konsentrasi hasil pengukuran (M)	Kesalahan relatif (%)	Akurasi (%)
10^{-4}	$1,47 \times 10^{-4}$	47	53
10^{-3}	$4,61 \times 10^{-4}$	54	46
10^{-2}	$1,47 \times 10^{-2}$	47	53

4.6.7 Hasil penentuan koefisien selektivitas

Koefisien selektivitas ditentukan untuk mengetahui tingkat selektivitas elektroda terhadap kreatinin dalam larutan yang mengandung senyawa lain. Pada penelitian ini dilakukan pengukuran larutan kreatinin 10^{-3} M dan dibandingkan dengan larutan kreatinin 10^{-3} M yang mengandung urea masing-masing dengan konsentrasi 10^{-4} M, 10^{-5} M, dan 10^{-6} M. Pemilihan variasi konsentrasi ini berdasarkan konsentrasi kurang dari konsentrasi normal urea, konsentrasi normal kreatinin, dan konsentrasi lebih dari konsentrasi normal urea.

Berdasarkan hasil pengukuran didapatkan nilai koefisien selektivitas ($K_{i,j}$) hasil pengukuran potensial larutan yang ditunjukkan pada Tabel 4.12. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa elektroda karbon-IZ lebih selektif terhadap kreatinin daripada urea karena menghasilkan nilai $K_{i,j} < 1$. Perhitungan koefisien selektivitas dapat dilihat pada Lampiran 11.

Tabel 4.13 Data hasil pengukuran potensial larutan kreatinin 10^{-3} M tanpa dan dengan matriks urea serta nilai K_{ij}

Matriks	Konsentrasi (M)	Potensial (mV)	K_{ij}
Tanpa	0	790	-
Urea	10^{-6}	734	-983,31
	10^{-5}	788	-13,60
	10^{-4}	773	-7,11

4.6.8 Hasil penentuan waktu hidup elektroda

Berdasarkan jumlah pemakaian elektroda karbon-IZ didapatkan faktor Nernst seperti pada Tabel 4.14.

Tabel 4.14 Waktu hidup (jumlah pemakaian) elektroda pasta karbon -IZ dan nilai faktor Nernst

Pemakaian	Faktor Nernst (mV/dekade)
16 kali	5,18
40 kali	19,82
110 kali	8,03
124 kali	5,32
138 kali	27,679
160 kali	60,5
180 kali	30,75

Dari Tabel 4.14 dapat dilihat bahwa pada hasil pengukuran terdapat perubahan faktor Nernst. Pada pengukuran yang telah dilakukan memperlihatkan hasil yang masih belum menunjukkan penurunan kinerja elektroda yang dapat dilihat dari nilai faktor Nernst. Data menunjukkan

bahwa hingga pemakaian 180 kali, elektroda masih menunjukkan kinerja yang baik. Akan tetapi, pada awal pengukuran (1-124 kali) memperlihatkan nilai faktor Nernst yang rendah, hal ini dikarenakan pada saat elektroda digunakan belum ada pengondisian pada permukaan elektroda. Pada dasarnya waktu hidup elektroda bergantung pada pH elektroda dan sifat mekanik membran elektroda dimana sifat mekanik tersebut dipengaruhi oleh kelenturan membran. Semakin sering elektroda digunakan, maka permukaan elektroda menjadi tidak rata dan membentuk lubang karena sejumlah komponen elektroda dapat larut sehingga jumlah zat yang berfungsi sebagai cetakan akan semakin sedikit, sehingga menghasilkan faktor Nernst yang tidak sesuai dengan kurva standar.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

1. Hasil karakterisasi zeolit menggunakan XRD menunjukkan beberapa puncak khas zeolit LTA. Karakterisasi zeolit LTA, NIZ, dan IZ menggunakan FTIR menunjukkan beberapa puncak pada bilangan gelombang tertentu yang mengindikasikan terbentuknya zeolit LTA, NIZ, dan IZ.
2. Elektroda yang memiliki kinerja optimum pada analisis kreatinin secara potensiometri dibuat dengan perbandingan massa karbon, IZ, dan parafin sebesar 45 : 15 : 40 (% berat).
3. Analisis kreatinin secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit memberikan hasil optimum pada pH 7.
4. Analisis kreatinin secara potensiometri menggunakan elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit menunjukkan waktu respon selama 11 - 22 detik, jangkauan pengukuran 10^{-4} - 10^{-2} M, dan faktor Nernst 60,5 mV/dekade. Elektroda memiliki batas deteksi $1,56 \times 10^{-6}$ M sehingga dapat digunakan untuk analisis kreatinin dengan konsentrasi normal di dalam serum darah. Elektroda memiliki ketelitian yang baik dengan nilai presisi 99,81 – 99,87% dan keakuratan sebesar 46 - 53% untuk konsentrasi kreatinin 10^{-4} - 10^{-2} M. Waktu hidup elektroda ini dilakukan setiap pergantian parameter dengan 180 kali pemakaian.

5.2. Saran

1. Diperlukan penelitian lebih lanjut untuk mengaplikasikan elektroda pasta karbon-*imprinted* zeolit pada sampel serum darah.

DAFTAR PUSTAKA

- Alkan, M., Hopa, C., Yilmaz, Z., Guler, H., 2005, **The Effect of Alkali Concentration and Solid/Liquid Ratio on The Hydrothermal Synthesis of Zeolite NaA from Natural Kaolinite**, *Microporous Mesoporous Mater*, 86: 176–184.
- Arwindah, P.R., 2010, **Pengembangan Sensor Asam Urat Melalui Modifikasi Elektroda Glassy Carbon Dengan *Molecularly Imprinted Polymer* Secara Stripping Voltammetri**, *Skripsi*, Surabaya: Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.
- Ariyanto, T., Prasetyo, I., Rochmadi, **Pengaruh Struktur Pori Terhadap Kapasitansi Elektroda Superkapasitor yang Dibuat dari Karbon Nanopori**, *Reaktor*, Vol. 14 No. 1.
- Atikah, Wijanarko, A. and Fardiyah, Q., 2013, **Pengaruh Ion Asing Terhadap Kinerja Elektroda Selektif Ion (ESI) Cd (II) Tipe Kawat Terlapis Berbasis D2EHPA Serta Aplikasinya pada Penentuan Kadar Kadmium dalam Air Sungai**, *Kimia Student Journal*, 2: 546-552.
- Azhar, A.P., 2012, **Pengembangan Sensor Kreatinin Melalui Modifikasi Elektroda *Hanging Mercury Drop* Dengan *Molecularly Imprinted Polianilin***, *Skripsi*, Surabaya: Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.
- Baerlocher, Ch., McCusker, L.B., and Olson, D.H., 2007, *Atlas of Zeolite Framework Types, 6th edition*, Elsevier Science, Amsterdam.
- Bakker, E., 1997, *Carrier-Based Ion-Selective Electrodes and Bulk Optodes, 1 General Characteristic*, American Chemical Society, USA.
- Baron, D.N., 1992, *Patologi klinik* (diterjemahkan oleh Johannes Gunawan). Jakarta: Penerbit buku kedokteran EGC.
- Basset, J., Dennerly, R.C., Jeffery, G. H., and Medham, J., 1991, *Buku Ajar Vogel: Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik, Alih Bahasa: A Hadyana P dan Ir. L. Setiono*, Buku Kedokteran EGC, Jakarta.
- Cattrall, R.W., 1997, *Chemical Sensors*, Oxford University Press, New York.
- Cha, G.S., Shin, J.H., Choi, Y.S., Lee, H.J., Choi, S.H., Ha, J., Yoon, I.J., and Nam, H., 2001, **A Planar Amperometric Creatinine Biosensor Employing an**

Insoluble Oxidizing Agents for Removing Redox-Active Interferences, *Analytical Chemistry*, 73: 5965-5971.

- Chandra, P.A.N., 2014, **Pengembangan Elektroda Karbon Nanopori/ Imprinted Zeolit untuk Analisis Kreatinin secara Potensiometri,** *Skripsi*, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.
- Darmawan, S., 2009, **Optimasi Suhu dan Lama Aktivasi dengan Asam Phospat dalam Produksi Arang Aktif Tempurung Kemiri,** *Jurnal Ilmu dan Hasil Hutan*, 2(2): 51-56.
- Destyorini, F., Suhandi, A., Subhan, A., Indayaningsih, N., 2010, **Pengaruh Suhu Karbonisasi Terhadap Struktur dan Konduktivitas Listrik Arang Serabut Kelapa,** *Jurnal Fisika*, 10 (2): 122-132.
- Dyer, A., 1994, *Zeolite Encyclopedia of Inorganic Chemistry*, Editor: R. B. King, and V. B. Chishester, John Wiley, and Sons, New York.
- Elmosallamy, M.A.F., 2006, **New Potentiometric Sensors for Creatinine,** *Analytica Chimica Acta*, 564: 253-257.
- Fessenden, R.J. and Fessenden, J.S., 1982, *Kimia Organik Jilid 1 Edisi Ketiga* (Penterjemah Aloysius Hadyana Pudjaatmaka Ph.D.), Erlangga, Jakarta.
- Gatti, R., Lazzarotto, V., Palo, C.B.D., Cappellin, E., Spinella, P., and Palo, E.F.D., 1999, **A Rapid Urine Creatinine Assay by Capillary Zone Electrophoresis,** *Electrophoresis*, 20: 2917-2921.
- Guo, M.D. and Guo, H.X., 2005, **Voltammetric Behavior Study of Creatinine At Phosphomolydic-Polypyrrole Film Modified Electrode,** *Electroanalytical Chemistry*, 585: 28-34.
- Guyton, A.C. and Hall J.E., 1997, *Buku Ajar Fisiologi Kedokteran Edisi ke-9*, Jakarta: Penerbit buku kedokteran EGC.
- Harmita, 2004, **Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya,** *Majalah Ilmu Kefarmasian*, I (3): 117-135.
- Hassan, S.S.M., Elnemma, E.M., and Mohamed, A.H.K., 2005, **Novel Biomedical Sensors for Flow Injection Potentiometric Determination of Creatinine in Human Serum,** *Electroanalysis*, 17: 2246-2253.
- Houssin, C.J.Y., 2003, *Nanoparticles in Zeolite Synthesis*, Eindhoven University of Technology, Netherlands.

- Huang, A., Wang, N., and Caro, J., 2012, **Synthesis of Multi-Layer Zeolite LTA Membranes with Enhanced Gas Separation Performance by Using 3-Aminopropyltriethoxysilane as Interlayer**, *Microporous and Mesoporous Materials*, 164: 294-301.
- Ilmiyah, B., 2015, **Modifikasi Elektroda Pasta Karbon-Imprinted Zeolit sebagai Sensor Potensiometri Glukosa Darah**, *Skripsi*, Surabaya: Departemen Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.
- Jamilatun, S., dan Martomo, S., 2014, **Pembuatan Arang Aktif dari Tempurung Kelapa dan Aplikasinya untuk Penjernihan Asap Cair**, *Spektrum Industri*, 12 (I) : 1 – 112.
- Jankowska, H., Swatkowski, A., and Choma, J., 1991, *Active Carbon*, Ellis Horwood, New York.
- Kembaren, A., 2013, **Pembuatan ESI Pb⁺² Menggunakan Membran dari Campuran PbS, PVC, dan DBP**, *Jurnal Penelitian*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Medan.
- Koay, E., and Walmsley R.N., 1989, *Handbook of Chemical Pathology*, PG Publishing Pte Ltd, Orchard Road.
- Lakshmi, D., Prasad, B.B., and Sharma, P.S., 2006, **Creatinine Sensor Based On Molecularly Imprinted Polymer-Modified Hanging Mercury Drop Electrode**, *Talanta*, 70: 272-280.
- Levey, A.S., Boshch, J.P., Lewis, J.B., Greene, T., Rogers, N., and Roth, D.A., 1999, **A More Accurate Method To Estimate Glomerular Filtration Rate From Serum Creatinine: A New Prediction Equation**, *American Journal of Internal Medicine*, 130: 461- 470.
- Liang, RR., Zhang, R., and Qin, W., 2009, **Potentiometric Sensor Based on Molecularly Imprinted Polymer for Determination of Melamine in Milk**, *Sensors And Actuators B: Chemical*, 141: 544-550.
- Meiyanto, E., Martono, S., Ediarti., Nurrochmad, A., Irianti, T., Hakim, A.R., Ikawati, M., dan Hermawan, A., 2010, *Petunjuk Praktikum Analisis Klinis*, Yogyakarta: Bagian Kimia Farmasi Fakultas Farmasi UGM Yogyakarta.
- Napitupulu, A., 2009, **Impregnasi Karbon Aktif Dengan Sulfida Untuk Mengikat Ion Tembaga(II) dan Kadmium(II) di Dalam Air**, *Tesis, Sekolah Pascasarjana*, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- O' Neil, 2001, *The Merck Index, an Encyclopedia of Chemist, Drugs, and Biologcals 13th Edition*, Publisher by Merck Research Laboratories.

- Petrov, L. and Michalev, T., 2012, **Synthesis of Zeolite A: A Review**, *Scientific Labor on Rousse University*, 51: 30-35.
- Prasetyoko, D., Handayani, R.S., Fansuri, H., dan Hartanto, D., 2012, **Sintesis ZSM-5 Mesopori Menggunakan Prekursor Zeolit Nanoklaster sebagai Building Block dan Aktivitasnya pada Esterifikasi Asam Lemak Bebas**, *Prosiding Seminar Nasional Kimia Unesa*, 225-234.
- Purwanto, A., Ernawati, F., dan Sajima, 2011, **Karakterisasi Elektroda Selektif Ion Kadmium Untuk Pengujian Cd Dalam Zirkonium**, *Prosiding Seminar Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir*, 249-257.
- Pyun, S. and Lee, G., 2007, **Synthesis and Characterization of Nanoporous Carbon and Its Electrochemical Application to Electrode Material for Supercapacitors**, *Modern Aspect of Electrochemistry*, 41: 139-195.
- Rios, C.A., Williams, C.D., and Fulen, M.A., 2009, **Nucleation and growth history of zeolite LTA synthesized from kaolinite by two different methods**, *Applied Clay Science*, 42: 446-454.
- Safitri, B.A., 2011, **Elektroda Pasta Karbon/Molecularly Imprinted Polymer (MIP) dengan Monomer Asam Metakrilat sebagai Sensor Potensiometri Melamin**, *Skripsi*, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.
- Selim, M.M., El-Maksoud, I.H., 2004, **Hydrogenation of Edible Oil Over Zeolite Prepared from Local Kaolin**, *Microporous and Mesoporous Materials*, 74: 79-85.
- Sewell, A.C., Murphy, H.C., and Iies, R.A., 2002, **Use of Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy in Detection and Study of Organic Acidurias**, *Clinical Chemistry*, 48: 357-359.
- Skoog, D.A., 1992, *Principles of Instrumental Analysis, Fourth Edition*, Saunders College Publishing, USA.
- Skoog, D.A., West, D.M., Holer, F.J., and Crouch, S.R., 2014, *Fundamental of Analytical Chemistry*, 9th Edition Brooke/Cole, Cengage Learning Inc.
- Soetomo, A.H., 2012, *Pembuatan Karbon Aktif Dari Limbah Kulit Singkong Dengan Menggunakan Furnace*, Universitas Diponegoro, Semarang.
- Stevens, L.A. and Levey, A.S., 2004, **Clinical Implications of Estimating Equations for Glomerular Filtration Rate**, *Annals of Internal Medicine*, 141(12):959-961.

- Suwarno, I.N., 2008, **Pembuatan dan Pencirian Elektrode Selektif Ion Magnesium Tipe Kawat Terlapis**, *Skripsi*, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Taverniers, I., Loose, M.D., and Bockstaele, E.V., 2004, **Trends in Quality in The Analytical Laboratory. II. Analitical Method Validation and Quality Assurance**, *Trends in Analytical Chemistry*, 23: 535-552.
- Taylor, L.R., Papp, Richard, B., and Pollard, B.D., 1994, *Instrumental Methods for Determining Elements*, VCH Publisher. Inc, New York.
- Thevenot, D. R., Toth, K., Durst, R.A., and Wilson, G.S., 2001, **Electrochemical Biosensors: Recommended Definitions and Classification**, *Biosensors and Bioelectronics*, 16: 121 – 131.
- Tietze, K.J., 2003, *Clinical skills for pharmacists a patient-focused approach*, Missauri: Mosby, Inc.
- Titus, P.M., Bausach, M., Llorens, J., and Cunill, F., 2008, **Preparation of Inner-Side Tubular Zeolite NaA Membranes in a Continuous Flow System**, *Separation and Purification Technology*, 59 : 141-150.
- Treacy, M.M.J. and Higgins, J.B., 2001, *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*, Published on behalf of the Structure Commision of the International Zeolite Association.
- Van Bekkum, H., Flanigen, E. M., Jacobs, P. A., Jansen, J. C., 2001, **Introduction To Zeolite Science And Practice**, 2nd Edition, Stud. Surf. Sci. *Catal.*; Elsevier.
- Walcarius, A., 1999, **Zeolite Modified Electrode in Electroanalytical Chemistry**, *Analytica Chimica Acta*, 384: 1-16.
- Widhianti, W.D., 2010, **Pembuatan Arang Aktif dari Biji Kapuk (*Ceiba pentandra L.*) sebagai Adsorben Zat Warna Rhodamin B**, *Skripsi*, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.
- Yang, H., Chen, H., Du, H., Hawkins, R., Craig, F., Ring, Z., Omotoso, O., Munoz, V., and Mikula, R., 2009, **Incorporating Platinum Precursors Into a NaA-Zeolite Synthesis Mixture Promoting The Formation Of Nanosized Zeolite**, *Microporous and Mesoporous Materials*, 117 : 33–40.
- Yürüm, Y., Taralp, A., and Veziroglu, T.N., 2009, **Storage of Hydrogen in Nanostructured Carbon Materials-Review**, *International Journal of Hydrogen Energy*, 34: 3784-3798.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan Kreatinin

- Pembuatan larutan kreatinin 10^{-1} M

$$\text{Mr C}_4\text{H}_7\text{N}_3\text{O} = 113,12 \text{ g/mol}$$

$$n = M \times V$$

$$= 10^{-1} \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$= 10 \text{ mmol} = 10^{-2} \text{ mol}$$

$$\text{massa} = n \times \text{Mr}$$

$$= 10^{-2} \text{ mol} \times 113,12 \text{ g/mol}$$

$$= 1,1312 \text{ g}$$

- Pembuatan larutan kreatinin 10^{-8} M - 10^{-2} M

- a. Larutan kreatinin 10^{-2} M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-1} = 100 \text{ mL} \times 10^{-2}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

- e. Larutan kreatinin 10^{-6} M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-5} = 100 \text{ mL} \times 10^{-6}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

- b. Larutan kreatinin 10^{-3} M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-2} = 100 \text{ mL} \times 10^{-3}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

- f. Larutan kreatinin 10^{-7} M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-6} = 100 \text{ mL} \times 10^{-7}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

- c. Larutan kreatinin 10^{-4} M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-3} = 100 \text{ mL} \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

- g. Larutan kreatinin 10^{-8} M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-7} = 100 \text{ mL} \times 10^{-8}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

d. larutan kreatinin 10^{-5} M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-4} = 100 \text{ mL} \times 10^{-5}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan Buffer

1. Pembuatan larutan buffer asetat pH 3, 4, dan 5

- Pembuatan larutan asam asetat 2 M

$$Mr \text{ CH}_3\text{COOH} = 60,05 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} n &= M \times V & \text{Massa} &= n \times Mr \\ &= 2 \times 100 \text{ mL} & &= 0,2 \text{ mol} \times 60,05 \text{ g/mol} \\ &= 200 \text{ mmol} & &= 12,01 \text{ g} \\ &= 0,2 \text{ mol} & \rho &= 1,045 \text{ g/mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} n &= \frac{\text{massa}}{Mr} & V &= \frac{m}{\rho} = \frac{12,01}{1,045} = 11,4928 \\ & & &\approx 11,5 \text{ mL (dalam 100 mL)} \end{aligned}$$

- Pembuatan larutan natrium asetat trihidrat 2 M

$$Mr \text{ CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O} = 136,08 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} n &= M \times V & n &= \frac{\text{massa}}{Mr} \\ &= 2 \times 100 \text{ mL} & \text{massa} &= n \times Mr \\ &= 200 \text{ mmol} & &= 0,2 \text{ mol} \times 136,08 \text{ g/mol} \\ &= 0,2 \text{ mol} & &= 27,216 \text{ g (dalam 100 mL)} \end{aligned}$$

- Pembuatan larutan buffer asetat pH 3

$$\text{pH} = \text{pKa} + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

$$3 = -\log Ka + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

$$3 = -\log 1,76 \times 10^{-5} + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

$$3 = (5 - 0,2455) + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

$$3 = 4,7545 + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

$$-\log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} = 1,7545$$

$$\log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} = -1,7545$$

$$\frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} = 10^{-1,7545}$$

$$= 0,017599$$

$$[\text{CH}_3\text{COONa}] = 0,017599 \times [\text{CH}_3\text{COOH}]$$

$$\frac{n\text{CH}_3\text{COONa}}{50 \text{ mL}} = 0,017599 \times \frac{n\text{CH}_3\text{COOH}}{50 \text{ mL}}$$

$$n \text{CH}_3\text{COONa} = 0,017599 \times n \text{CH}_3\text{COOH}$$

$$(M \times V) \text{CH}_3\text{COONa} = 0,017599 \times (M \times V) \text{CH}_3\text{COOH}$$

$$(2M \times V) \text{CH}_3\text{COONa} = 0,017599 \times (2M \times V) \text{CH}_3\text{COOH}$$

$$V \text{CH}_3\text{COONa} = 0,017599 \times V \text{CH}_3\text{COOH}$$

Jika larutan buffer dibuat sebanyak 50 mL, maka :

$$V \text{CH}_3\text{COONa} + V \text{CH}_3\text{COOH} = 50 \text{ mL}$$

$$(0,017599 \times V \text{CH}_3\text{COOH}) + V \text{CH}_3\text{COOH} = 50 \text{ mL}$$

$$1,017599 V \text{CH}_3\text{COOH} = 50 \text{ mL}$$

$$V \text{CH}_3\text{COOH} = \frac{50 \text{ mL}}{1,017599}$$

$$= 49,1352 \text{ mL} \approx 49,2 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned}
 V \text{ CH}_3\text{COONa} &= 0,017599 \times V \text{ CH}_3\text{COOH} \\
 &= 0,017599 \times 42,5174 \text{ mL} \\
 &= 0,7482 \approx 0,75 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

- Pembuatan larutan buffer asetat pH 4

$$\begin{aligned}
 \text{pH} &= \text{pKa} + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} \\
 4 &= -\log K_a + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} \\
 4 &= -\log 1,76 \times 10^{-5} + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} \\
 4 &= (5 - 0,2455) + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} \\
 4 &= 4,7545 + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} \\
 -\log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} &= 0,7545 \\
 \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} &= -0,7545 \\
 \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} &= 10^{-0,7545} \\
 &= 0,17599
 \end{aligned}$$

$$[\text{CH}_3\text{COONa}] = 0,17599 \times [\text{CH}_3\text{COOH}]$$

$$\frac{n\text{CH}_3\text{COONa}}{50 \text{ mL}} = 0,17599 \times \frac{n\text{CH}_3\text{COOH}}{50 \text{ mL}}$$

$$n \text{ CH}_3\text{COONa} = 0,17599 \times n \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$(M \times V) \text{ CH}_3\text{COONa} = 0,17599 \times (M \times V) \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$(2 M \times V) \text{ CH}_3\text{COONa} = 0,17599 \times (2 M \times V) \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$V \text{ CH}_3\text{COONa} = 0,17599 \times V \text{ CH}_3\text{COOH}$$

Jika larutan buffer dibuat sebanyak 50 mL, maka :

$$V \text{ CH}_3\text{COONa} + V \text{ CH}_3\text{COOH} = 50 \text{ mL}$$

$$(0,17599 \times V \text{ CH}_3\text{COOH}) + V \text{ CH}_3\text{COOH} = 50 \text{ mL}$$

$$1,17599 V \text{ CH}_3\text{COOH} = 50 \text{ mL}$$

$$V \text{ CH}_3\text{COOH} = \frac{50 \text{ mL}}{1,17599}$$

$$= 42,5174 \text{ mL} \approx 42,5 \text{ mL}$$

$$V \text{ CH}_3\text{COONa} = 0,17599 \times V \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$= 0,17599 \times 42,5174 \text{ mL}$$

$$= 7,4826 \approx 7,5 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan buffer asetat pH 5

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

$$5 = -\log K_a + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

$$5 = -\log 1,76 \times 10^{-5} + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

$$5 = (5 - 0,2455) + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

$$5 = 4,7545 + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

$$-\log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} = -0,2455$$

$$\log \frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} = 0,2455$$

$$\frac{[\text{CH}_3\text{COONa}]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]} = 10^{0,2455}$$

$$= 1,7599$$

$$[\text{CH}_3\text{COONa}] = 1,7599 \times [\text{CH}_3\text{COOH}]$$

$$\frac{n\text{CH}_3\text{COONa}}{50 \text{ mL}} = 1,7599 \times \frac{n\text{CH}_3\text{COOH}}{50 \text{ mL}}$$

$$n \text{CH}_3\text{COONa} = 1,7599 \times n \text{CH}_3\text{COOH}$$

$$(M \times V) \text{CH}_3\text{COONa} = 1,7599 \times (M \times V) \text{CH}_3\text{COOH}$$

$$(2M \times V) \text{CH}_3\text{COONa} = 1,7599 \times (2M \times V) \text{CH}_3\text{COOH}$$

$$V \text{CH}_3\text{COONa} = 1,7599 \times V \text{CH}_3\text{COOH}$$

Jika larutan buffer dibuat sebanyak 50 mL, maka :

$$V \text{CH}_3\text{COONa} + V \text{CH}_3\text{COOH} = 50 \text{ mL}$$

$$(1,7599 \times V \text{CH}_3\text{COOH}) + V \text{CH}_3\text{COOH} = 50 \text{ mL}$$

$$2,7599 V \text{CH}_3\text{COOH} = 50 \text{ mL}$$

$$V \text{CH}_3\text{COOH} = \frac{50 \text{ mL}}{2,7599}$$

$$= 18,1166 \text{ mL} \approx 18 \text{ mL}$$

$$V \text{CH}_3\text{COONa} = 1,7599 \times V \text{CH}_3\text{COOH}$$

$$= 1,7599 \times 18,1166 \text{ mL}$$

$$= 31,8834 \approx 32 \text{ mL}$$

2. Pembuatan larutan buffer fosfat pH 6,7, dan 8

- Pembuatan larutan dinatrium hidrogen fosfat dihidrat 2 M

$$Mr \text{ Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 177,99 \text{ g/mol}$$

$$n = M \times V$$

$$= 2 \times 100 \text{ mL}$$

$$= 200 \text{ mmol}$$

$$= 0,2 \text{ mol}$$

$$n = \frac{\text{massa}}{Mr}$$

$$\text{massa} = n \times Mr$$

$$= 0,2 \text{ mol} \times 177,99 \text{ g/mol}$$

$$= 35,598 \text{ g (dalam 100 mL)}$$

- Pembuatan larutan natrium dihidrogen fosfat 2 M

$$Mr \text{ NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 155,99 \text{ g/mol}$$

$$n = M \times V$$

$$= 2 \times 100 \text{ mL}$$

$$= 200 \text{ mmol}$$

$$= 0,2 \text{ mol}$$

$$\text{massa} = n \times Mr$$

$$= 0,2 \text{ mol} \times 155,99 \text{ g/mol}$$

$$= 31,198 \text{ g (dalam 100 mL)}$$

- Pembuatan larutan buffer fosfat pH 6

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$6 = -\log K_a + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$6 = -\log 6,12 \times 10^{-8} + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$6 = (8 - 0,7868) + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$6 = 7,2132 + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$-\log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = 1,2132$$

$$\log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = -1,2132$$

$$\frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = 10^{-1,2132}$$

$$\frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = 0,0612$$

$$[\text{Na}_2\text{HPO}_4] = 0,0612 \times [\text{NaH}_2\text{PO}_4]$$

$$\frac{n[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{50 \text{ mL}} = 0,0612 \times \frac{n [\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{50 \text{ mL}}$$

$$n \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 0,0612 \times n \text{ NaH}_2\text{PO}_4$$

$$(M \times V) \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 0,0612 \times (M \times V) \text{ NaH}_2\text{PO}_4$$

$$(2M \times V) \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 0,0612 \times (2M \times V) \text{ NaH}_2\text{PO}_4$$

$$V \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 0,0612 \times V \text{ NaH}_2\text{PO}_4$$

$$V \text{ Na}_2\text{HPO}_4 + V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$(0,0612 \times V \text{ NaH}_2\text{PO}_4) + V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$1,0612 \times V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = \frac{50 \text{ mL}}{1,0612}$$

$$= 46,9395 \text{ mL} \approx 47 \text{ mL}$$

$$V \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 0,0612 \times V \text{ NaH}_2\text{PO}_4$$

$$= 0,0612 \times 46,9395$$

$$= 2,87 \approx 3 \text{ mL}$$

- Pembuatan larutan buffer fosfat pH 7

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$7 = -\log K_a + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$7 = -\log 6,12 \times 10^{-8} + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$7 = (8 - 0,7868) + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$7 = 7,2132 + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}$$

$$-\log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = 0,2132$$

$$\log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = -0,2132$$

$$\frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = 10^{-0,2132}$$

$$\frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = 0,6121$$

$$[\text{Na}_2\text{HPO}_4] = 0,6121 \times [\text{NaH}_2\text{PO}_4]$$

$$\frac{n[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{50 \text{ mL}} = 0,6121 \times \frac{n[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{50 \text{ mL}}$$

$$n \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 0,6121 \times n \text{ NaH}_2\text{PO}_4$$

$$(M \times V) \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 0,6121 \times (M \times V) \text{ NaH}_2\text{PO}_4$$

$$(2M \times V) \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 0,6121 \times (2M \times V) \text{ NaH}_2\text{PO}_4$$

$$V \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 0,6121 \times V \text{ NaH}_2\text{PO}_4$$

$$V \text{ Na}_2\text{HPO}_4 + V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$(0,6121 \times V \text{ NaH}_2\text{PO}_4) + V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$1,6121 \times V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned}
 V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 &= \frac{50 \text{ mL}}{1,6121} \\
 &= 31,0514 \text{ mL} \approx 31 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 V \text{ Na}_2\text{HPO}_4 &= 0,6121 \times V \text{ NaH}_2\text{PO}_4 \\
 &= 0,6121 \times 31,0514 = 18,9846 \approx 19 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

- Pembuatan larutan buffer fosfat pH 8

$$\begin{aligned}
 \text{pH} &= \text{pK}_a + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} \\
 8 &= -\log K_a + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} \\
 8 &= -\log 6,12 \times 10^{-8} + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} \\
 8 &= (8 - 0,7868) + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} \\
 8 &= 7,2132 + \log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}
 \end{aligned}$$

$$-\log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = -0,7868$$

$$\log \frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = 0,7868$$

$$\frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = 10^{-0,7868}$$

$$\frac{[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{[\text{NaH}_2\text{PO}_4]} = 6,1207$$

$$[\text{Na}_2\text{HPO}_4] = 6,1207 \times [\text{NaH}_2\text{PO}_4]$$

$$\frac{n[\text{Na}_2\text{HPO}_4]}{50 \text{ mL}} = 6,1207 \times \frac{n[\text{NaH}_2\text{PO}_4]}{50 \text{ mL}}$$

$$n \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 6,1207 \times n \text{ NaH}_2\text{PO}_4$$

$$(M \times V) \text{ Na}_2\text{HPO}_4 = 6,1207 \times (M \times V) \text{ NaH}_2\text{PO}_4$$

$$(2M \times V) \text{Na}_2\text{HPO}_4 = 6,1207 \times (2M \times V) \text{NaH}_2\text{PO}_4$$

$$V \text{Na}_2\text{HPO}_4 = 6,1207 \times V \text{NaH}_2\text{PO}_4$$

$$V \text{Na}_2\text{HPO}_4 + V \text{NaH}_2\text{PO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$(6,1207 \times V \text{NaH}_2\text{PO}_4) + V \text{NaH}_2\text{PO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$7,1207 \times V \text{NaH}_2\text{PO}_4 = 50 \text{ mL}$$

$$V \text{NaH}_2\text{PO}_4 = \frac{50 \text{ mL}}{7,1207}$$

$$= 7,0218 \text{ mL} \approx 7 \text{ mL}$$

$$V \text{Na}_2\text{HPO}_4 = 6,1207 \times V \text{NaH}_2\text{PO}_4$$

$$= 6,1207 \times 7,0218$$

$$= 42,978 \approx 43 \text{ mL}$$

Lampiran 3. Perhitungan Pembuatan Larutan Urea

$$Mr \text{ CO(NH}_2)_2 = 60 \text{ g/mol}$$

- Larutan urea 10^{-1} M

$$n = M \times V$$

$$= 10^{-1} \times 100 \text{ mL}$$

$$= 10 \text{ mmol}$$

$$= 1 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

$$\text{massa C}_6\text{H}_8\text{O}_6 = n \times Mr$$

$$= 1 \times 10^{-2} \text{ mol} \times 60 \text{ g/mol}$$

$$= 0,6000 \text{ g (dalam 100 mL)}$$

- Larutan urea 10^{-3} M , 10^{-4} M , dan 10^{-5} M

- a. Larutan urea 10^{-3} M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-1} = 50 \times 10^{-3}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

- b. Larutan urea 10^{-4} M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-3} = 50 \times 10^{-4}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

- c. Larutan urea 10^{-5} M

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 10^{-4} = 50 \times 10^{-5}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

Lampiran 4. Perhitungan Pembuatan Zeolit LTA

Perbandingan mol zeolit LTA adalah $\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 : \text{H}_2\text{O} = 4:1:1,8:270$

a. SiO_2 (sumber Si)

$$\text{Mr SiO}_2 = 60,06 \text{ g/mol}$$

$$1,8 \text{ mol Si} = 1,8 \text{ mol SiO}_2$$

$$1,8 \text{ mol SiO}_2 = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}}$$

$$\begin{aligned} \text{massa SiO}_2 &= 1,8 \times \text{Mr} \\ &= 1,8 \times 60,06 \\ &= 108,108 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\% \text{ SiO}_2 = 40 \%$$

$$\begin{aligned} \text{Maka massa SiO}_2 \text{ sebenarnya} &= \frac{100}{40} \times 108,108 \\ &= 270,27 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\rho \text{ SiO}_2 = 1,3 \text{ g/ml}$$

$$V \text{ SiO}_2 = \frac{\text{massa}}{\rho} = \frac{270,27}{1,3} = 207,9 \text{ ml}$$

b. NaAlO_2 (sumber natrium oksida dan alumina)

$$\text{Mr NaAlO}_2 = 81,97 \text{ g/mol}$$

$$1 \text{ Al}_2\text{O}_3 = 2 \text{ mol NaAlO}_2$$

$$2 \text{ mol NaAlO}_2 = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}}$$

$$\begin{aligned} \text{massa NaAlO}_2 &= 2 \times \text{Mr} \\ &= 2 \times 81,97 \\ &= 163,94 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\% \text{ NaAlO}_2 = 50\%$$

$$\begin{aligned} \text{Maka massa NaAlO}_2 \text{ sebenarnya} &= \frac{100}{50} \times 163,94 \\ &= 327,88 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{Mr Na}_2\text{O} = 61,95 \text{ g/mol}$$

$$4 \text{ mol Na}_2\text{O} = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}}$$

$$\begin{aligned} \text{massa Na}_2\text{O} &= 4 \times \text{Mr} \\ &= 4 \times 61,95 \\ &= 247,8 \text{ g} \end{aligned}$$

massa Na_2O yang terkandung dalam NaAlO_2 adalah

$$\begin{aligned}
 &= \frac{M_r \text{Na}_2\text{O}}{M_r \text{NaAlO}_2} \times m \text{NaAlO}_2 \text{ sebenarnya} \\
 &= \frac{61,95}{81,97} \times 327,88 \\
 &= 247,8 \text{ g}
 \end{aligned}$$

c. H_2O

$$M_r \text{H}_2\text{O} = 18,004 \text{ g/mol}$$

$$270 \text{ mol H}_2\text{O} = \frac{\text{massa}}{M_r}$$

$$\begin{aligned}
 \text{massa H}_2\text{O} &= 270 \times M_r \\
 &= 270 \times 18,004 \\
 &= 4861,08 \text{ g}
 \end{aligned}$$

H_2O yang telah digunakan :

▪ SiO_2 (40%)

$$100\% - 40\% = 60\%$$

$$\begin{aligned}
 \text{H}_2\text{O yang terkandung} &= \frac{40}{100} \times 270,27 \text{ g} \\
 &= 162,162 \text{ g}
 \end{aligned}$$

▪ NaAlO_2 (50%)

$$100\% - 50\% = 50\%$$

$$\begin{aligned}
 \text{H}_2\text{O yang terkandung} &= \frac{50}{100} \times 327,88 \text{ g} \\
 &= 163,94 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Total H}_2\text{O yang telah digunakan} &= 162,162 \text{ g} + 163,94 \text{ g} \\
 &= 326,102 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{H}_2\text{O yang perlu ditambahkan} &= \text{H}_2\text{O total} - \text{H}_2\text{O yang telah digunakan} \\
 &= 4861,08 \text{ g} - 326,102 \text{ g} \\
 &= 4532,978 \text{ g}
 \end{aligned}$$

$$\rho \text{H}_2\text{O} = 1 \text{ g/ml}$$

$$V \text{H}_2\text{O} = \frac{\text{massa}}{\rho} = \frac{4532,978}{1} = 4532,978 \text{ ml}$$

d. Kreatinin yang ditambahkan

Perbandingan mol kreatinin/Si = 0,0306

$$1,8 \text{ mol SiO}_2 = 1,8 \text{ mol Si}$$

$$\frac{n \text{ kreatinin}}{n \text{ Si}} = 0,0306$$

$$\frac{n \text{ kreatinin}}{1,8} = 0,0306$$

$$n \text{ kreatinin} = 0,0306 \times 1,8$$

$$= 0,05508 \text{ mol}$$

$$\text{massa kreatinin yang ditambahkan} = n \times M_r$$

$$= 0,05508 \text{ mol} \times 113,12 \text{ g/mol}$$

$$= 6,2307 \text{ g}$$

Lampiran 5. Perbandingan Komposisi Pembuatan Zeolit

Bahan	Perbandingan mol	1 resep	1/40 resep
SiO ₂	1,8	207,9 ml	5,2 ml
Na ₂ AlO ₂	2	327,88 g	8,2 g
H ₂ O	270	4523,978 ml	113,4 ml
Kreatinin	1,8	6,2307 g	0,1558 g

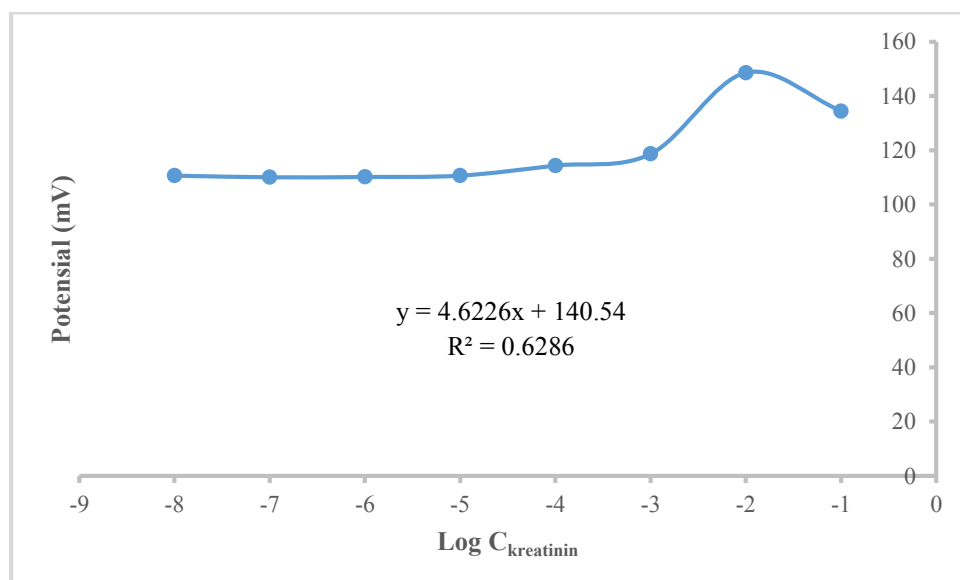
Lampiran 6. Perhitungan Faktor Nernst dan Linieritas pada Optimasi Komposisi Elektroda

1. Elektroda 1

a. Data potensial elektroda pada pengukuran larutan standar kreatinin

Konsentrasi larutan kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	110.7
10^{-7}	110.1
10^{-6}	110.2
10^{-5}	110.7
10^{-4}	114.4
10^{-3}	118.7
10^{-2}	148.6
10^{-1}	134.5

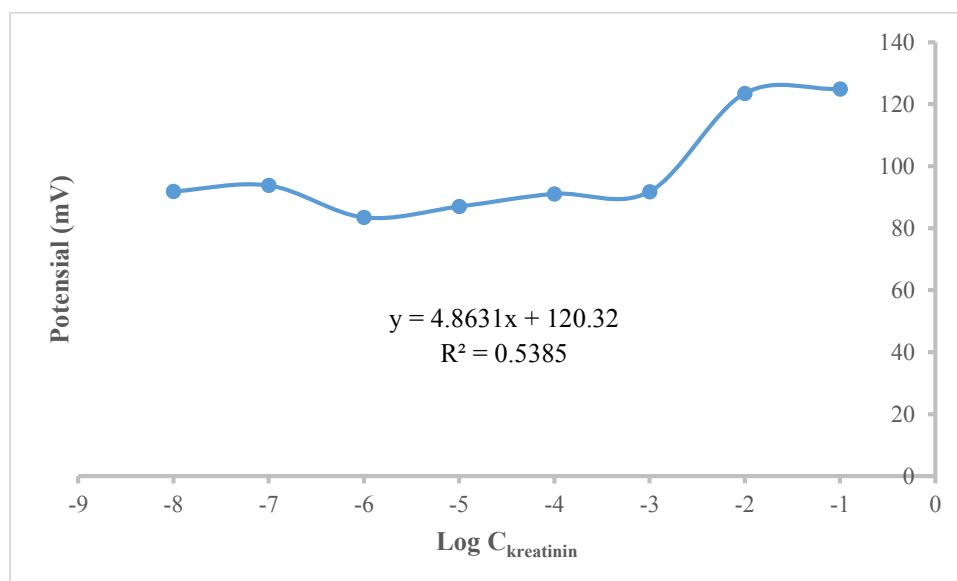
b. Kurva hubungan antara log konsentrasi larutan kreatinin $10^{-8} - 10^{-1}$ M dengan potensial



2. Elektroda 2

a. Data potensial elektroda pada pengukuran larutan standar kreatinin

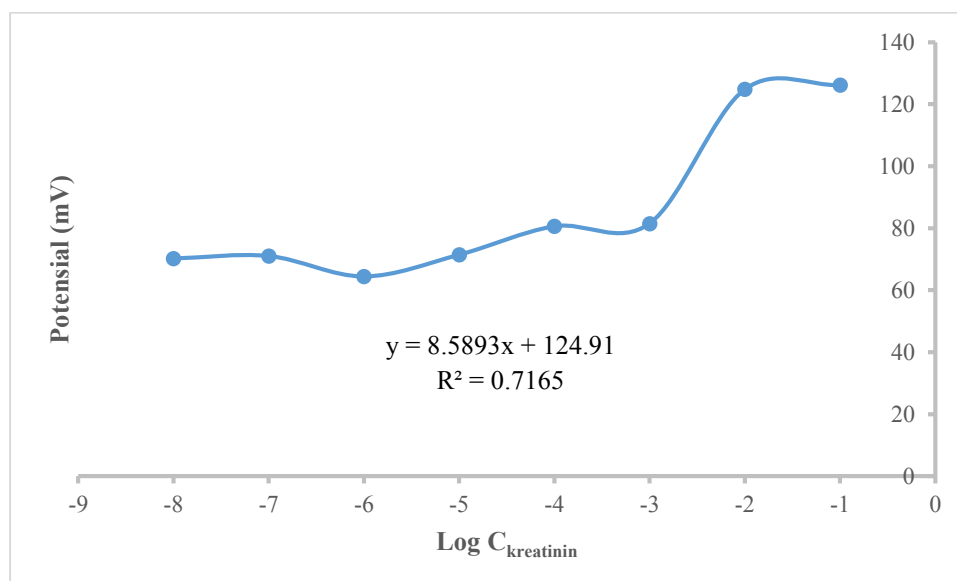
Konsentrasi larutan kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	91.9
10^{-7}	93.8
10^{-6}	83.5
10^{-5}	87
10^{-4}	91.1
10^{-3}	91.8
10^{-2}	123.5
10^{-1}	124.9

b. Kurva hubungan antara log konsentrasi larutan kreatinin $10^{-8} - 10^{-1}$ M dengan potensial

3. Elektroda 3

a. Data potensial elektroda pada pengukuran larutan standar kreatinin

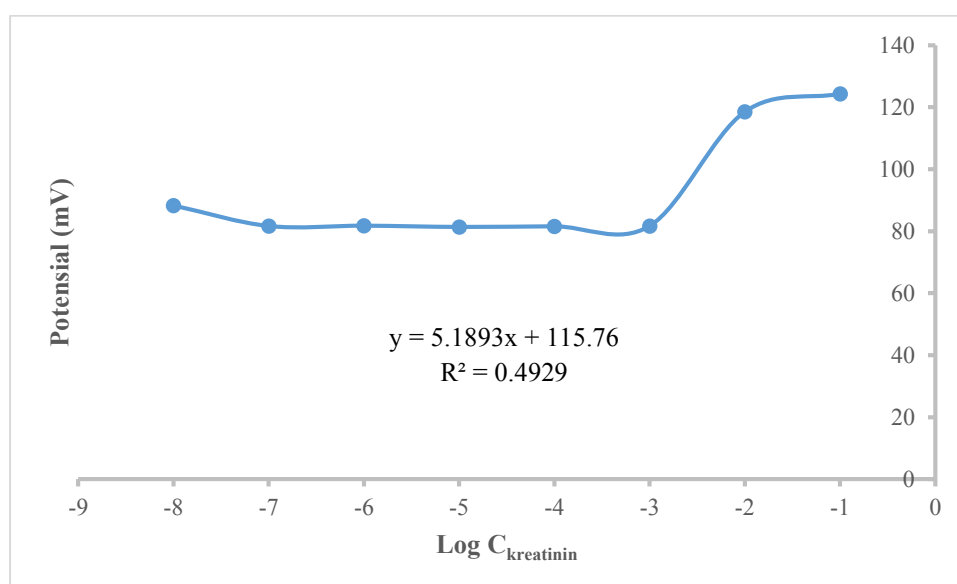
Konsentrasi larutan kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	70.2
10^{-7}	71
10^{-6}	64.4
10^{-5}	71.4
10^{-4}	80.6
10^{-3}	81.5
10^{-2}	124.8
10^{-1}	126.2

b. Kurva hubungan antara log konsentrasi larutan kreatinin $10^{-8} - 10^{-1}$ M dengan potensial

4. Elektroda 4

a. Data potensial elektroda pada pengukuran larutan standar kreatinin

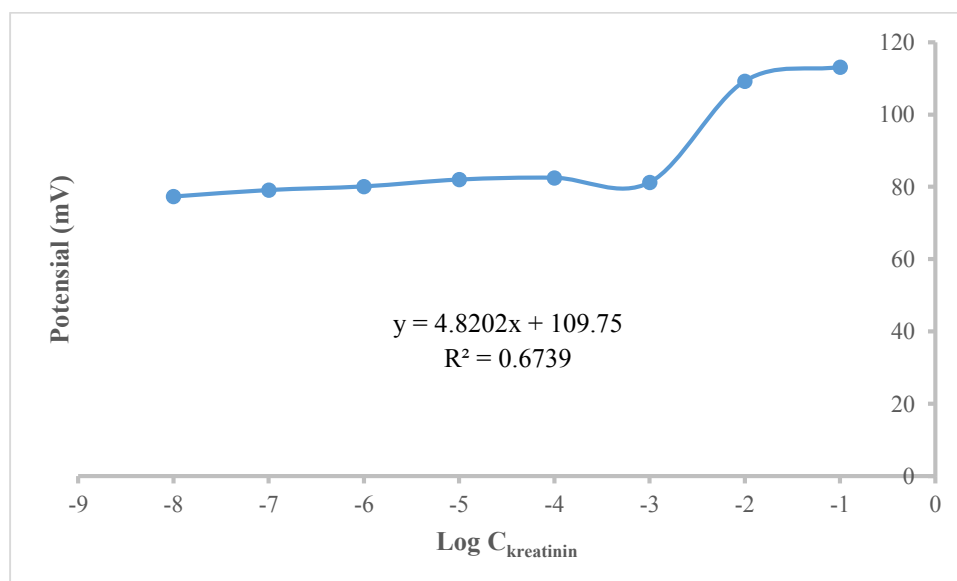
Konsentrasi larutan kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	88.3
10^{-7}	81.7
10^{-6}	81.8
10^{-5}	81.4
10^{-4}	81.6
10^{-3}	81.7
10^{-2}	118.5
10^{-1}	124.3

b. Kurva hubungan antara log konsentrasi larutan kreatinin $10^{-8} - 10^{-1}$ M dengan potensial

5. Elektroda 5

a. Data potensial elektroda pada pengukuran larutan standar kreatinin

Konsentrasi larutan kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	77.3
10^{-7}	79.1
10^{-6}	80.1
10^{-5}	82
10^{-4}	82.5
10^{-3}	81.2
10^{-2}	109.2
10^{-1}	113.1

b. Kurva hubungan antara log konsentrasi larutan kreatinin $10^{-8} - 10^{-1}$ M dengan potensial

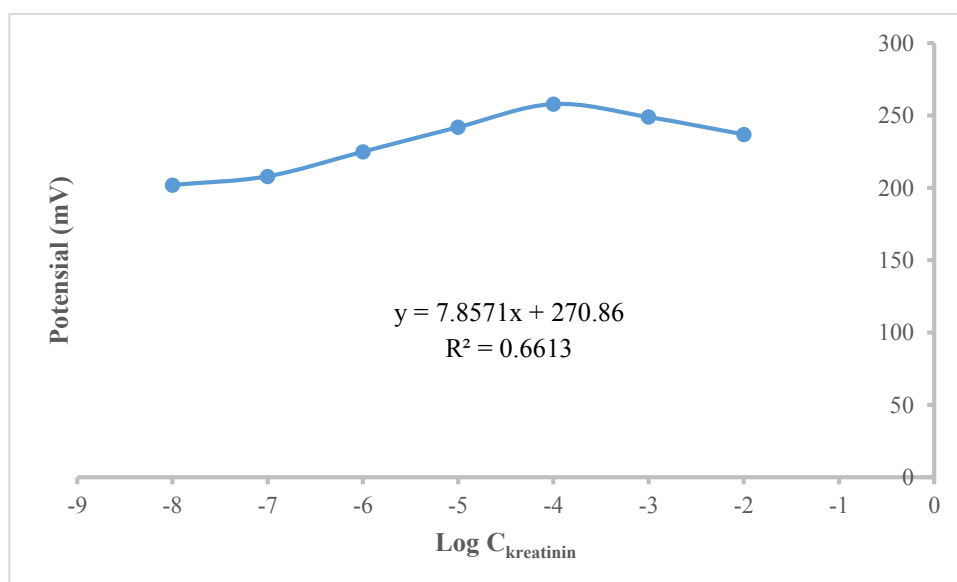
Lampiran 7. Perhitungan Faktor Nernst dan Linieritas pada Optimasi Komposisi Elektroda dengan Penambahan Larutan KCl

1. Elektroda 1

a. Data potensial elektroda pada pengukuran larutan standar kreatinin

Konsentrasi larutan kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	202
10^{-7}	208
10^{-6}	225
10^{-5}	242
10^{-4}	258
10^{-3}	249
10^{-2}	237

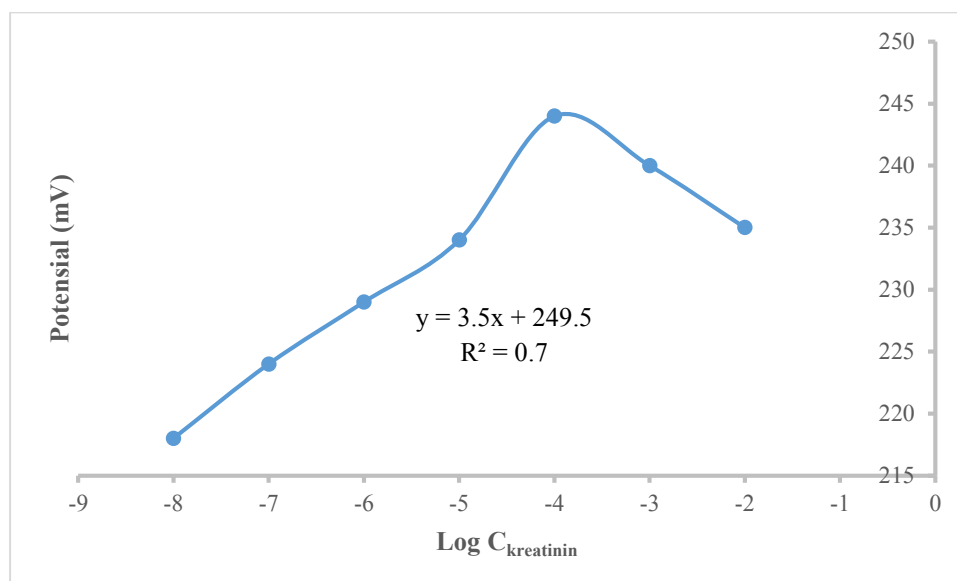
b. Kurva hubungan antara log konsentrasi larutan kreatinin $10^{-8} - 10^{-1}$ M dengan potensial



2. Elektroda 2

a. Data potensial elektroda pada pengukuran larutan standar kreatinin

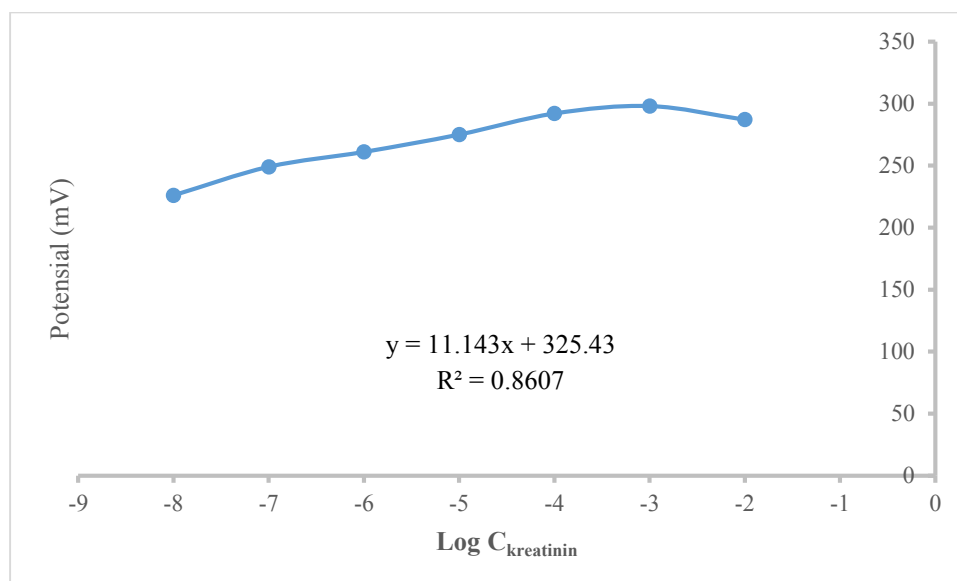
Konsentrasi larutan kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	218
10^{-7}	224
10^{-6}	229
10^{-5}	234
10^{-4}	244
10^{-3}	240
10^{-2}	235

b. Kurva hubungan antara log konsentrasi larutan kreatinin $10^{-8} - 10^{-1}$ M dengan potensial

3. Elektroda 3

a. Data potensial elektroda pada pengukuran larutan standar kreatinin

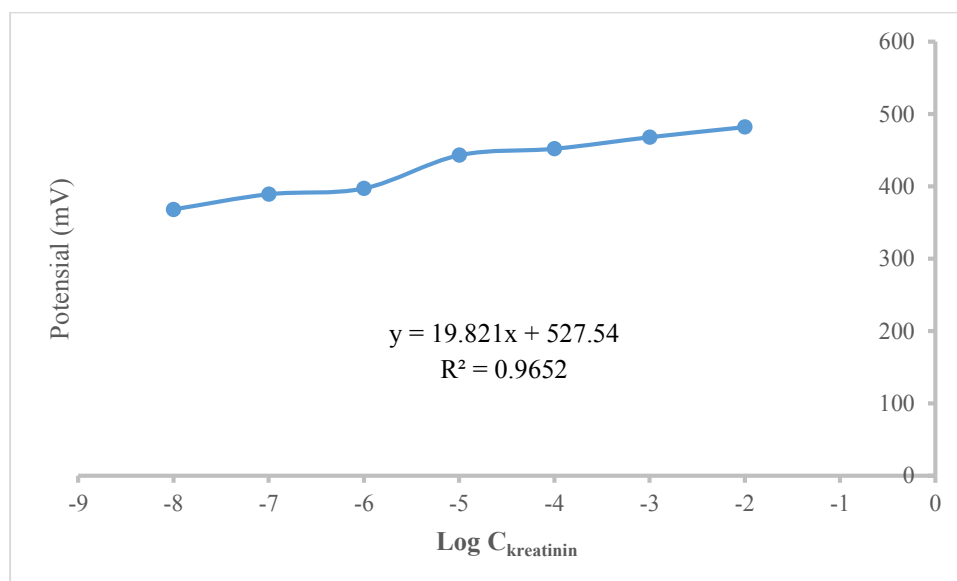
Konsentrasi larutan kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	226
10^{-7}	249
10^{-6}	261
10^{-5}	275
10^{-4}	292
10^{-3}	298
10^{-2}	287

b. Kurva hubungan antara log konsentrasi larutan kreatinin $10^{-8} - 10^{-1}$ M dengan potensial

4. Elektroda 4

a. Data potensial elektroda pada pengukuran larutan standar kreatinin

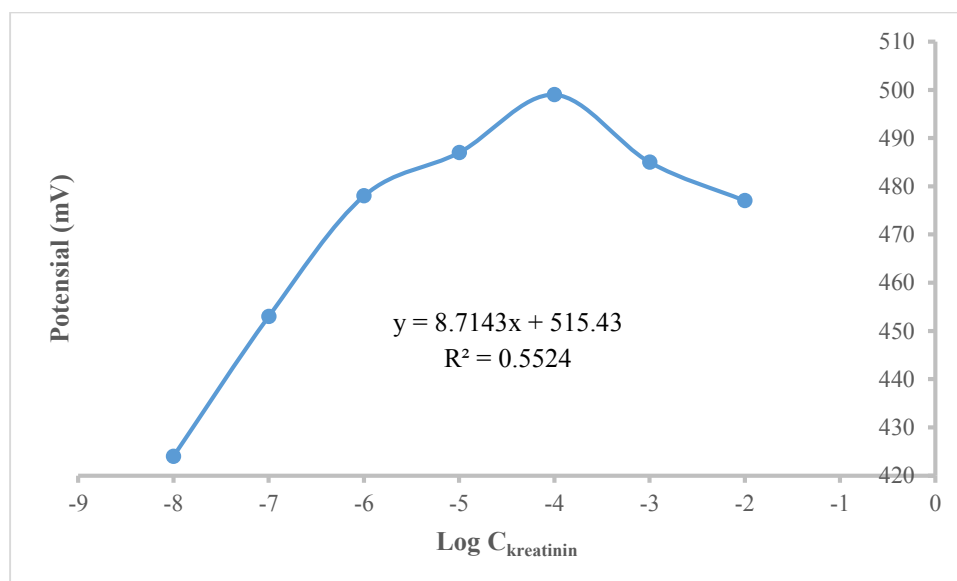
Konsentrasi larutan kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	368
10^{-7}	389
10^{-6}	397
10^{-5}	443
10^{-4}	452
10^{-3}	468
10^{-2}	482

b. Kurva hubungan antara log konsentrasi larutan kreatinin $10^{-8} - 10^{-1}$ M dengan potensial

5. Elektroda 5

a. Data potensial elektroda pada pengukuran larutan standar kreatinin

Konsentrasi larutan kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	424
10^{-7}	453
10^{-6}	478
10^{-5}	487
10^{-4}	499
10^{-3}	485
10^{-2}	477

b. Kurva hubungan antara log konsentrasi larutan kreatinin $10^{-8} - 10^{-1}$ M dengan potensial

Lampiran 8. Perhitungan Batas Deteksi

1. Persamaan garis linier: $Y_1 = 60,5x + 692,83$
2. Persamaan garis non linier: $Y_2 = 29x^2 + 233x + 929$

$$\begin{aligned}
 Y_1 &= Y_2 \\
 60,5x + 692,83 &= 29x^2 + 233x + 929 \\
 29x^2 + 172,5x + 236,17 &= 0
 \end{aligned}$$

$$x = \frac{-b \pm \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a}$$

dimana nilai : $a = 29$ $b = 172,5$ $c = 236,17$

sehingga :

$$x = \frac{-(172,5) \pm \sqrt{(172,5)^2 - 4(29)(236,17)}}{2(-29)}$$

$$x = \frac{-(172,5) \pm \sqrt{29756,25 - 27395,72}}{58}$$

$$x = \frac{-(172,5) \pm 164,367}{58}$$

$$x_1 = \frac{-(172,5) - 164,367}{58}$$

$$x_2 = \frac{-(172,5) + 164,367}{58}$$

$$x_1 = -5,8080 = \text{Log } C$$

$$x_2 = -0,1402 = \text{Log } C$$

$$C_1 = 1,56 \times 10^{-6} \text{ M}$$

$$C_2 = 7,24 \times 10^{-1} \text{ M}$$

Lampiran 9. Perhitungan Presisi

Konsentrasi (M)	Potensial (mV) (X)			\bar{x}	$(x_1 - \bar{x})^2$	$(x_2 - \bar{x})^2$	$(x_3 - \bar{x})^2$	$\Sigma(x_i - \bar{x})^2$
	1	2	3					
10^{-4}	1045	1047	1048	1046,67	2,7889	0,1089	1,7689	4,6667
10^{-3}	1112	1113	1116	1113,33	1,7689	0,1089	7,1289	9,0067
10^{-2}	1170	1171	1173	1171,33	1,7689	0,1089	2,7889	4,6667

1. Larutan kreatinin 10^{-4} M

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{4,6667}{2}} = 1,5275$$

$$\%KV = \left| \frac{SD}{\bar{x}} \right| \times 100\%$$

$$= \left| \frac{1,5275}{1046,67} \right| \times 100\% = 0,14\%$$

$$\text{Presisi} = 100\% - 0,1459\% = 99,86\%$$

2. Larutan kreatinin 10^{-3} M

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{9,0067}{2}} = 2,1221$$

$$\%KV = \left| \frac{SD}{\bar{x}} \right| \times 100\% = \left| \frac{2,1221}{1113,33} \right| \times 100\% = 0,19\%$$

$$\text{Presisi} = 100\% - 0,19\% = 99,81\%$$

3. Larutan kreatinin 10^{-2} M

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

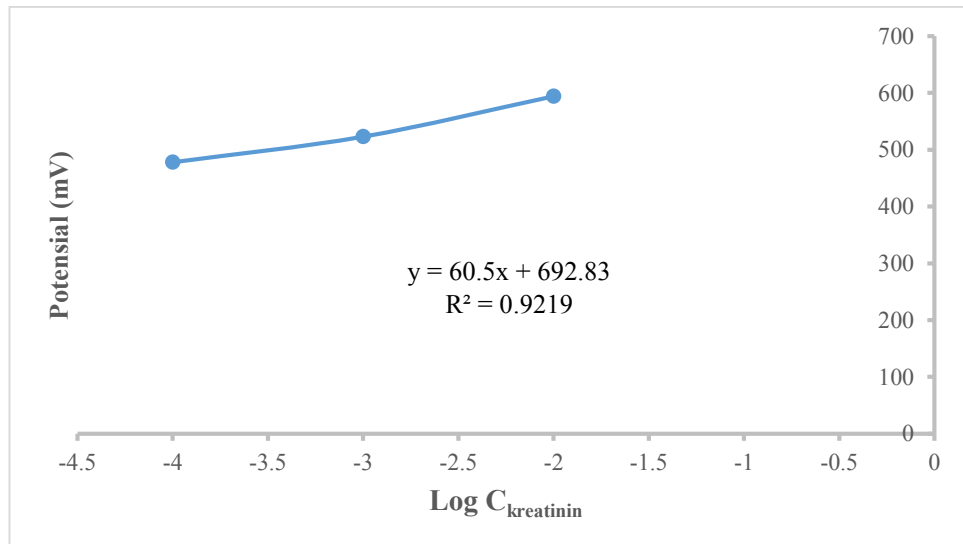
$$= \sqrt{\frac{4,6667}{2}} = 1,5275$$

$$\%KV = \left| \frac{SD}{\bar{x}} \right| \times 100\% = \left| \frac{1,5275}{1171,33} \right| \times 100\% = 0,13\%$$

$$\text{Presisi} = 100\% - 0,13\% = 99,87\%$$

Lampiran 10. Perhitungan Akurasi

1. Kurva standar larutan kreatinin



2. Data hasil perhitungan akurasi

konsentrasi kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-4}	461
10^{-3}	491
10^{-2}	582

a. Larutan kreatinin 10^{-4} M

$$y = 60,5x + 692,83$$

$$461 = 60,5x + 692,83$$

$$60,5x = -231,83$$

$$x = -3,8319 = \log C$$

$$C = 10^{-3,8319}$$

$$= 1,47 \times 10^{-4} \text{ M}$$

$$Er = \frac{|1,47 \times 10^{-4} - 10^{-4}|}{10^{-4}} \times 100\%$$

$$= 47\%$$

$$\text{Akurasi} = 100\% - 47\%$$

$$= 53\%$$

b. Larutan kreatinin 10^{-3} M

$$y = 60,5x + 692,83$$

$$491 = 60,5x + 692,83$$

$$60,5x = -201,83$$

$$x = -3,3360 = \log C$$

$$C = 10^{-3,3360}$$

$$= 4,61 \times 10^{-4} \text{ M}$$

$$Er = \frac{|4,61 \times 10^{-4} - 10^{-3}|}{10^{-3}} \times 100\%$$

$$= 54 \%$$

$$\text{Akurasi} = 100 \% - 54 \%$$

$$= 46 \%$$

c. Larutan kreatinin 10^{-2} M

$$y = 60,5x + 692,83$$

$$582 = 60,5x + 692,83$$

$$60,5x = -110,83$$

$$x = -1,8319 = \log C$$

$$C = 10^{-1,8319}$$

$$= 1,47 \times 10^{-2} \text{ M}$$

$$Er = \frac{|1,47 \times 10^{-2} - 10^{-2}|}{10^{-2}} \times 100\%$$

$$= 47 \%$$

$$\text{Akurasi} = 100 \% - 47 \%$$

$$= 53\%$$

Catatan :

C = konsentrasi kreatinin yang terukur (M)

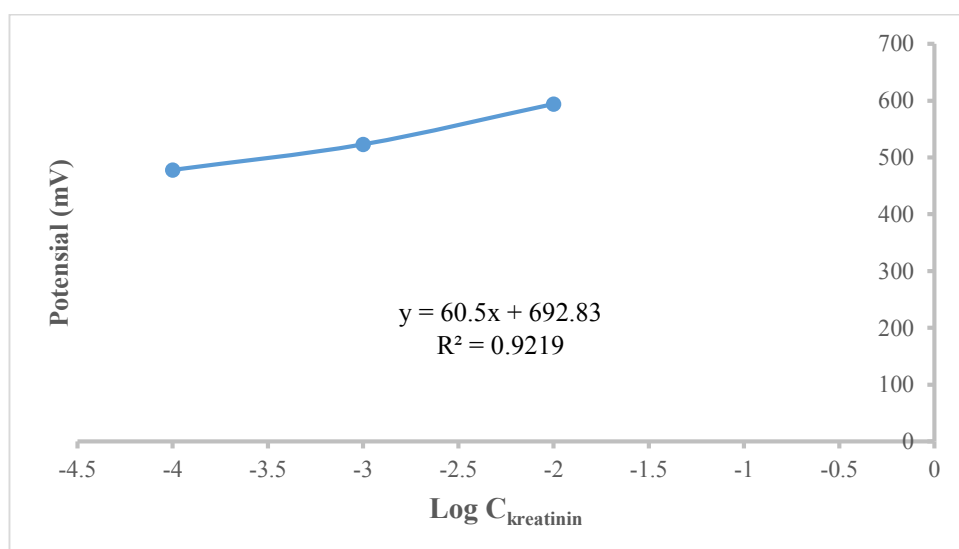
Er = kesalahan relatif

Lampiran 11. Perhitungan Koefisien Selektivitas

1. Elektroda E4

a. Hasil pengukuran potensial larutan standar kreatinin

konsentrasi kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-4}	461
10^{-3}	491
10^{-2}	582



b. Data hasil pengukuran potensial larutan kreatinin 10^{-3} M tanpa dan dengan matriks urea

Matriks	Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
Tanpa	0	790
Urea	10^{-6}	734
	10^{-5}	788
	10^{-4}	773

c. Perhitungan

- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-6} M

$$K_{ij} = \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{734-790}{60,5}} - 1)}{10^{-6}}$$

$$= \frac{10^{-3}(10^{-0,9256} - 1)}{10^{-6}}$$

$$= -881,319$$

- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-5} M

$$K_{ij} = \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{788-790}{60,5}} - 1)}{10^{-5}}$$

$$= \frac{10^{-3}(10^{-0,0330} - 1)}{10^{-5}}$$

$$= -7,3296$$

- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-4} M

$$K_{ij} = \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{773-790}{60,5}} - 1)}{10^{-4}}$$

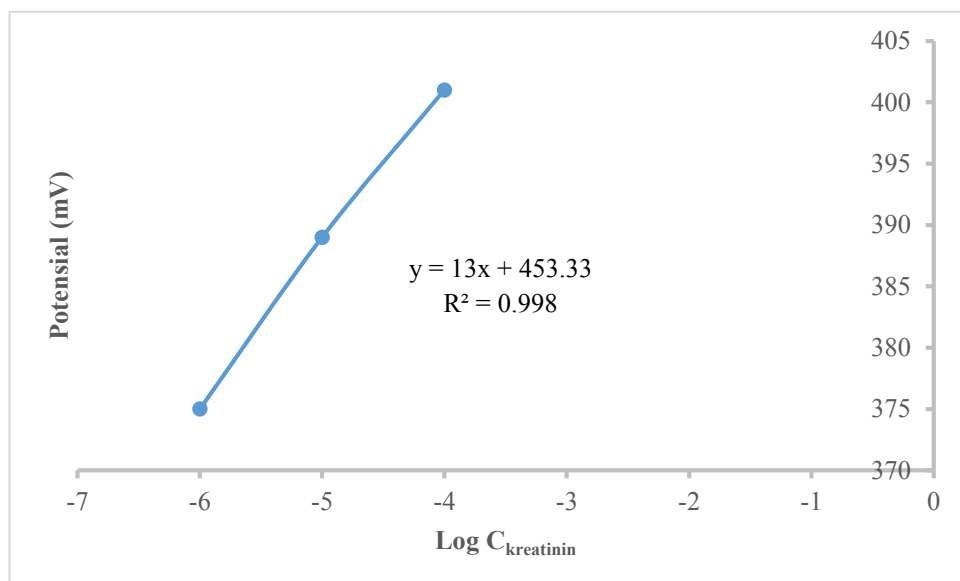
$$= \frac{10^{-3}(10^{-0,2809} - 1)}{10^{-4}}$$

$$= -4,763$$

2. Elektroda E1

- a. Hasil pengukuran potensial larutan standar kreatinin

konsentrasi kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-6}	375
10^{-5}	389
10^{-4}	401



- b. Data hasil pengukuran potensial larutan kreatinin 10^{-3} M tanpa dan dengan matriks urea

Matriks	Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
Tanpa	0	750
Urea	10^{-6}	699
	10^{-5}	723
	10^{-4}	747

- c. Perhitungan

- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-6} M

$$K_{ij} = \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{699-750}{13}} - 1)}{10^{-6}}$$

$$= \frac{10^{-3}(10^{-3,9230} - 1)}{10^{-6}}$$

$$= -999,88$$

- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-5} M

$$K_{ij} = \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{723-750}{13}} - 1)}{10^{-5}}$$

$$= \frac{10^{-3}(10^{-2,0769}-1)}{10^{-5}}$$

$$= -307,69$$

- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-4} M

$$K_{ij} = \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}}-1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{747-750}{13}}-1)}{10^{-4}}$$

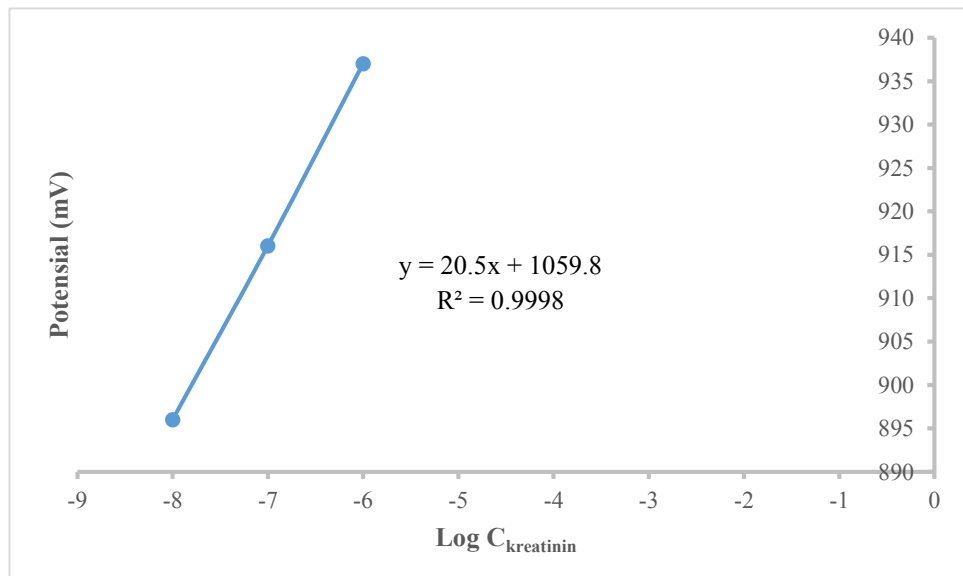
$$= \frac{10^{-3}(10^{-0,2307}-1)}{10^{-4}}$$

$$= -4,12$$

3. Elektroda zeolit

- a. Hasil pengukuran potensial larutan standar kreatinin

konsentrasi kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	896
10^{-7}	916
10^{-6}	937



- b. Data hasil pengukuran potensial larutan kreatinin 10^{-3} M tanpa dan dengan matriks urea

Matriks	Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
Tanpa	0	796
Urea	10^{-6}	805
	10^{-5}	817
	10^{-4}	828

- c. Perhitungan

- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-6} M

$$\begin{aligned}
 K_{ij} &= \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}}-1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{805-796}{20,5}}-1)}{10^{-6}} \\
 &= \frac{10^{-3}(10^{0,4390}-1)}{10^{-6}} \\
 &= 1748,04
 \end{aligned}$$

- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-5} M

$$\begin{aligned}
 K_{ij} &= \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}}-1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{817-796}{20,5}}-1)}{10^{-5}} \\
 &= \frac{10^{-3}(10^{1,0243}-1)}{10^{-5}} \\
 &= 957,76
 \end{aligned}$$

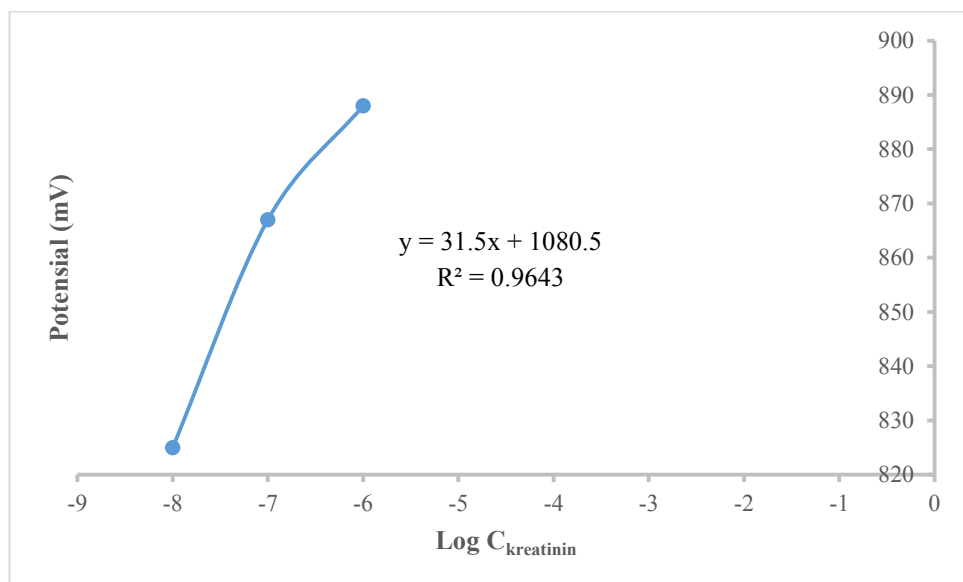
- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-4} M

$$\begin{aligned}
 K_{ij} &= \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}}-1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{828-796}{20,5}}-1)}{10^{-4}} \\
 &= \frac{10^{-3}(10^{1,5609}-1)}{10^{-4}} \\
 &= 5,60
 \end{aligned}$$

4. Elektroda zeolit

a. Hasil pengukuran potensial larutan standar kreatinin

konsentrasi kreatinin (M)	Potensial (mV)
10^{-8}	825
10^{-7}	867
10^{-6}	888

c. Data hasil pengukuran potensial larutan kreatinin 10^{-3} M tanpa dan dengan matriks urea

Matriks	Konsentrasi (M)	Potensial (mV)
Tanpa	0	790
Urea	10^{-6}	734
	10^{-5}	788
	10^{-4}	773

d. Perhitungan

- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-6} M

$$K_{ij} = \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{734-790}{31,5}} - 1)}{10^{-6}}$$

$$= \frac{10^{-3}(10^{-1,7777} - 1)}{10^{-6}}$$

$$= -983,31$$

- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-5} M

$$K_{ij} = \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{788-790}{31,5}} - 1)}{10^{-5}}$$

$$= \frac{10^{-3}(10^{-0,0635} - 1)}{10^{-5}}$$

$$= -13,60$$

- Larutan kreatinin 10^{-3} M dan larutan urea 10^{-4} M

$$K_{ij} = \frac{a_i(10^{\frac{E_2-E_1}{s}} - 1)}{a_j^{n/x}} = \frac{10^{-3}(10^{\frac{773-790}{31,5}} - 1)}{10^{-4}}$$

$$= \frac{10^{-3}(10^{-0,5397} - 1)}{10^{-4}}$$

$$= -7,11$$

Lampiran 12. Penentuan Luas Permukaan Karbon dengan Metode BET

Persamaan regresi yang diperoleh adalah $y = 4,021x - 5,252 \times 10^{-2}$ dengan harga slope (s) 4,021 dan intersep (i) $-5,252 \times 10^{-2}$. Berat gas yang diserap sebagai lapisan tunggal (V_m).

$$\begin{aligned} V_m &= \frac{1}{S + i} \\ &= \frac{1}{4,021 + (-5,252 \times 10^{-2})} \\ &= 0,252 \end{aligned}$$

Luas Permukaan Karbon (St)

$$\begin{aligned} St &= \frac{V_m \times N \times A_{cs}}{M} \\ &= \frac{0,252 \times 6,023 \times 10^{23} \times 0,162 \times 10^{-18}}{28} \\ &= 877,463 \text{ m}^2/\text{g} \end{aligned}$$

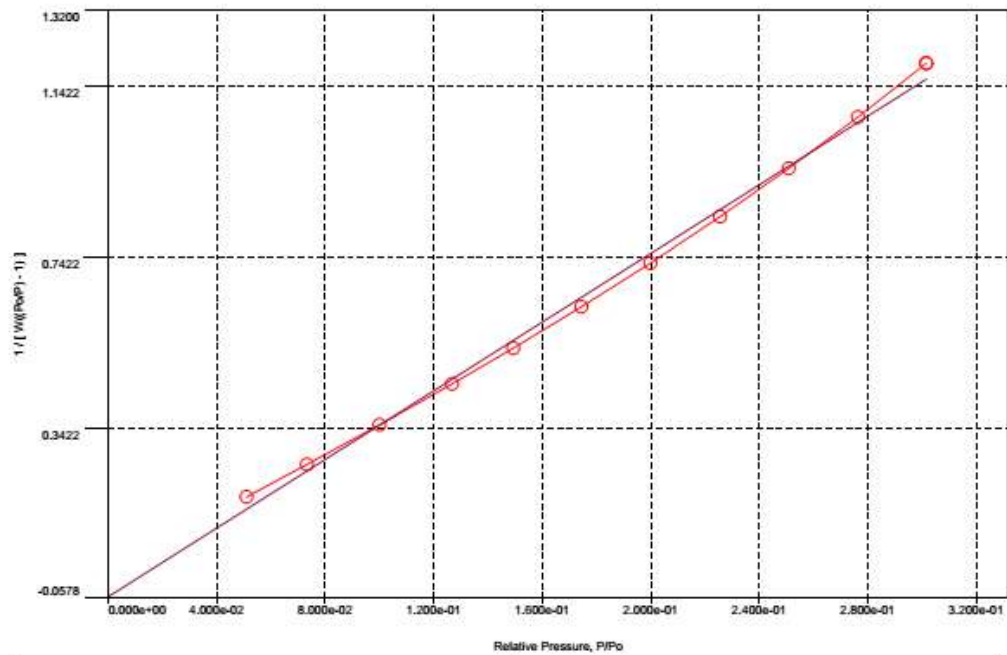
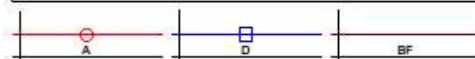
Quantachrome® ASiQwin™ - Automated Gas Sorption Data
Acquisition and Reduction
© 1994-2011, Quantachrome Instruments
version 2.0



Analysis	Lab. Energi ITS	Date: 2010/04/20	Report	Lab. Energi ITS	Date: 2010/04/20
Operator:	El-0706 Karbon aktif	Filename:	Operator:	BET_iq_phisy_at.12010_04_20_01_21_53_01_El-0706 Karbon aktif.qps	
Sample ID:		Comment:			
Sample Desc:		Instrument:	Autosorb iQ Station 1		
Sample Weight:	0.0613 g	Final Outgas Temp.:	300 °C	Extended info:	Available
Approx. Outgas Time:	18.0 hrs	Non-ideality:	8.58e-05 1/mmHg	CellType:	9mm
Analysis gas:	Nitrogen	Bath temp.:	77.35 K	VoidVol Remeasure:	off
Analysis Time:	5:56 hr:min			Warm Zone V:	10.7662 cc
Analysis Mode:	Standard				
VoidVol. Mode:	He Measure	Cold Zone V:	1.66333 cc		

Multi-Point BET Plot

Data Reduction Parameters			
Adsorbate	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section:	16.200 Å²
		Liquid Density:	0.806 g/cc



BET summary	
Slope =	4.021
Intercept =	-5.252e-02
Correlation coefficient, r =	0.998091
C constant =	-75.574
Surface Area =	877.463 m²/g

Quantachrome® AST-001™ Automated Gas Sorption Data
Acquisition and Reduction
© 2004-2021, Quantachrome Instruments
version 2.8



Analysis	Lab. Energy (J)	Date: 2019/04/20	Sample	Lab. Energy (J)	Date: 2019/04/20
Operator:	ES-0005 Katsura staff	Filename:	Operator:	ES-0005 Katsura staff	ES-0005 Katsura staff
Sample ID:		Comment:			
Sample Desc:		Instrument:	AST-001		
Sample Weight:	0.0015 g	AST-001 ID:	AST-001		
Apparent Outgas Time:	18.0 hrs	Fluid Outgas Temp.:	300 °C	Estimated Inlet:	Available
Analysis gas:	Nitrogen	Flow-Mass:	6.00e-05 Mass/g	Cell Type:	None
Analysis Time:	5.00 hours	Bath Temp.:	77.35 K	Volume Chamber:	all
Analysis Mode:	Standard	Cell Zone V:	1.0000 cc	Volume Zone V:	18.7000 cc
Volume/Mode:	No Adsorbate				

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

AST-001	Thermal Transpiration: on	ER, mol. diameter (D): 3.54 Å	ER, cell stack diam. (d): 4.0000 mm
	Nitrogen	Temperature: 77.350 K	
	Meas. WL: 28.013	Crane Section: 15.200 Å	Liquid Density: 0.806 g/cc

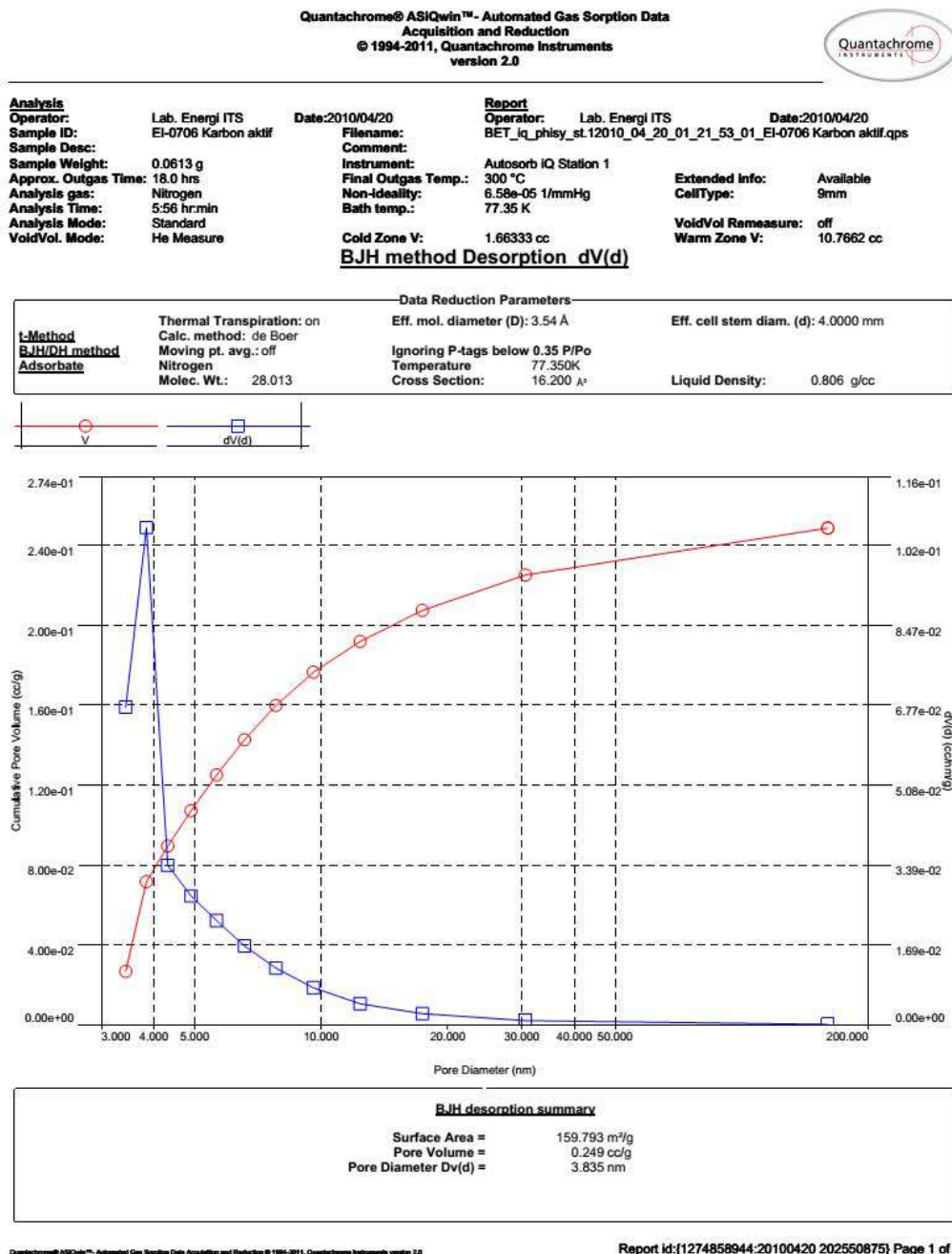
Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/P ₀]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [V(P/P ₀) - V]	Relative Pressure [P/P ₀]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [V(P/P ₀) - V]
5.08775e-02	236.9185	1.8103e-01	1.98805e-01	274.0211	7.2905e-01
7.31985e-02	245.7082	2.5719e-01	2.25549e-01	278.0188	8.3816e-01
9.59335e-02	253.7563	3.6006e-01	2.50889e-01	281.7078	9.5123e-01
1.25752e-01	260.3138	4.4814e-01	2.78396e-01	285.2173	1.0715e+00
1.45278e-01	265.0110	5.2978e-01	3.01818e-01	288.5803	1.1974e+00
1.74413e-01	269.7078	6.2672e-01			

BET summary

Slope = 4.021
 Intercept = -5.752e-02
 Correlation coefficient, r = 0.998391
 C constant = 75.574
 Surface Area = 877.483 m²/g

Lampiran 13. Penentuan Ukuran Pori Karbon dengan Metode BJH



Quantachrome® ASiQua™ Automated Gas Sorption Data
Acquisition and Reduction
© 1994-2011, Quantachrome Instruments
version 2.8



Analysis	Lab. Energy ITS	Date: 2010/04/20	Report	Lab. Energy ITS	Date: 2010/04/20
Operator:	EI-0708 Karbon aktif	Filename:	Operator:	RET_jg_pblay_at_12810_04_20_01_21_53_01 EI-0708 Karbon aktif	
Sample ID:		Comment:			
Sample Desc:		Instrument:	Autoseal IQ Station 1		
Sample Weight:	0.0613 g	Fluid Outlets Temp.:	300 °C	Desiccant Ind:	Available
Apparent Outlets Time:	18.0 hrs	Non-Moisture:	0.65e-05 1/atomHg	CellType:	Star
Analysis gas:	Nitrogen	Bath Temp.:	77.35 K	Validated Parameters:	off
Analysis Time:	656 hours	Cold Zone V:	1.68333 cc	Warm Zone V:	10.7862 cc
Analysis Mode:	Standard				
Validated Mode:	He Massflow				

BJH Pore Size Distribution Desorption

Data Reduction Parameters Data

Method	Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
BJH/DH method	Calc. method: de Boer		
Achard	Moving pt. avg.: off	Ignoring P-rings below 6.36 P/Po	
	Nitrogen	Temperature: 77.350K	
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section: 16.260 Å²	Liquid Density: 0.806 g/cc

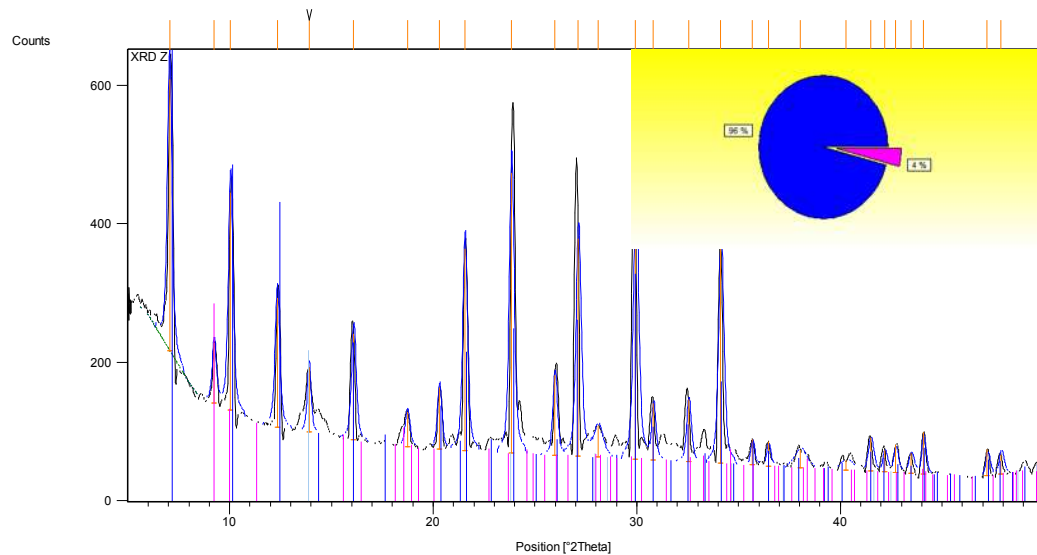
BJH Pore Size Distribution Desorption Data

Diameter	Pore Volume	Pore Surf Area	dV(d)	dS(d)	dV(logd)	dS(logd)
[nm]	[cc/g]	[m²/g]	[cc/nm³]	[m²/nm²]	[cc/g]	[cc/g]
3.4231	2.6742e-02	3.1249e+01	6.7326e-02	7.8674e+01	5.3008e-01	8.1941e+02
3.8348	7.1847e-02	7.8086e+01	1.0539e-01	1.0993e+02	9.2980e-01	8.6868e+02
4.3120	8.9518e-02	9.4685e+01	3.3821e-02	3.1374e+01	3.3537e-01	3.1111e+02
4.8994	1.0717e-01	1.0906e+02	2.7313e-02	2.2289e+01	3.0768e-01	2.5120e+02
5.6283	1.2511e-01	1.2183e+02	2.2107e-02	1.5712e+01	2.8801e-01	2.0328e+02
6.5803	1.4270e-01	1.3256e+02	1.8714e-02	1.0191e+01	2.5193e-01	1.5361e+02
7.7988	1.5863e-01	1.4134e+02	1.2026e-02	6.1681e+00	2.1535e-01	1.1045e+02
9.1734	1.7856e-01	1.4833e+02	7.8700e-03	3.2883e+00	1.7277e-01	7.2187e+01
10.7688	1.9152e-01	1.5330e+02	4.4592e-03	1.4433e+00	1.2607e-01	4.0804e+01
12.5742	2.0750e-01	1.5689e+02	2.3652e-03	6.4453e-01	9.3479e-02	2.1521e+01
14.6534	2.2520e-01	1.5921e+02	8.8665e-04	1.1725e-01	8.0744e-02	7.9629e+00
16.0530	2.4871e-01	1.5979e+02	9.8244e-05	2.4563e-03	2.7984e-02	8.9939e-01

BJH desorption summary

Surface Area = 158.793 m²/g
Pore Volume = 0.249 cc/g
Pore Diameter Dv(d) = 3.835 nm

Lampiran 14. Pola Difraksi Sinar-X Zeolit LTA Hasil Sintesis dan Zeolit LTA pada Simulasi *Xpert MPD*



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
7.0523	392.20	0.2676	12.53480	96.84
9.2390	86.43	0.2342	9.57227	21.34
10.0472	314.87	0.2676	8.80410	77.74
12.3396	187.40	0.2676	7.17315	46.27
13.8965	93.74	0.2175	6.37283	23.14
16.0931	154.05	0.2676	5.50758	38.04
18.7293	51.02	0.2676	4.73788	12.60
20.3031	88.80	0.2509	4.37404	21.93
21.5588	292.86	0.2676	4.12204	72.31
23.8441	405.02	0.2676	3.73190	100.00
25.9748	115.37	0.2509	3.43040	28.49
27.1292	315.17	0.2844	3.28700	77.82
28.0877	45.36	0.5353	3.17697	11.20
29.9468	378.39	0.2844	2.98384	93.43
30.8160	82.61	0.2342	2.90164	20.40
32.5452	90.29	0.2509	2.75131	22.29
34.1301	313.77	0.2844	2.62708	77.47
35.6753	36.93	0.2007	2.51677	9.12
36.4616	35.48	0.2007	2.46427	8.76
38.0270	25.86	0.6691	2.36636	6.39
40.2904	15.25	0.6691	2.23849	3.76
41.4823	48.63	0.2844	2.17689	12.01

42.1868	31.22	0.2342	2.14215	7.71
42.7142	39.90	0.2175	2.11692	9.85
43.4660	28.99	0.2844	2.08203	7.16
44.0814	60.62	0.2007	2.05438	14.97
47.2194	38.60	0.2007	1.92492	9.53
47.8935	28.42	0.2244	1.89781	7.02

Pattern List: (Bookmark 4)

Ref. Code	Score	Compound Name	Scale Factor	Chemical Formula
01-073-2340	58	Zeolite LTA, syn	1.167	$\text{Na}_{12} \text{Al}_{12} \text{Si}_{12} \text{O}_{48} (\text{H}_2\text{O})_{27}$
01-083-1423	31	Chalcophyllite	0.222	$\text{Cu}_9 \text{Al} (\text{AsO}_4)_2 (\text{SO}_4)_{1.5} (\text{OH})_{12} (\text{H}_2\text{O})_{18}$